Buku Teks
Bahan Ajar Siswa

Paket Keahlian: Kimia Analis

Analisis Titrimetri dan Gravimetri

Direktorat Pembinaan Sekolah Menengah Kejuruan
Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan
Republik Indonesia

ANALISIS
TITRIMETRI DAN GRAVIMETRI

KELAS XI SEMESTER 3

Oleh:

Teni Rodiani, S.Si & Suprijadi, S.TP

KEMENTERIAN PENDIDIKAN NASIONAL
PUSAT PENGEMBANGAN DAN PEMBERDAYAAN PENDIDIK DAN TENAGA KEPENDIDIKAN PERTANIAN CIANJUR

2013

KATA PENGANTAR

Kurikulum 2013 dirancang untuk memperkuat kompetensi siswa dari sisi sikap, pengetahuan dan keterampilan secara utuh. Keutuhan tersebut menjadi dasar dalam perumusan kompetensi dasar tiap mata pelajaran mencakup kompetensi dasar kelompok sikap, kompetensi dasar kelompok pengetahuan, dan kompetensi dasar kelompok keterampilan. Semua mata pelajaran dirancang mengikuti rumusan tersebut.

Pembelajaran kelas X dan XI jenjang Pendidikan Menengah Kejuruhan yang disajikan dalam buku ini juga tunduk pada ketentuan tersebut. Buku siswa ini diberisi materi pembelajaran yang membekali peserta didik dengan pengetahuan, keterapilan dalam menyajikan pengetahuan yang dikuasai secara kongkrit dan abstrak, dan sikap sebagai makhluk yang mensyukuri anugerah alam semesta yang dikaruniakan kepadanya melalui pemanfaatan yang bertanggung jawab.

Buku ini menjabarkan usaha minimal yang harus dilakukan siswa untuk mencapai kompetensi yang diharuskan. Sesuai dengan pendekatan yang digunakan dalam kurikulum 2013, siswa diberanikan untuk mencari dari sumber belajar lain yang tersedia dan terbentang luas di sekitarnya. Peran guru sangat penting untuk meningkatkan dan menyesuaikan daya serp siswa dengan ketersediaan kegiatan buku ini. Guru dapat memperkayanya dengan kreasi dalam bentuk kegiatan-kegiatan lain yang sesuai dan relevan yang bersumber dari lingkungan sosial dan alam.

Buku ini sangat terbuka dan terus dilakukan perbaikan dan penyempurnaan. Untuk itu, kami mengundang para pembaca memberikan kritik, saran, dan masukan untuk perbaikan dan penyempurnaan. Atas kontribusi tersebut, kami ucapkan terima kasih. Mudah-mudahan kita dapat memberikan yang terbaik bagi kemajuan dunia pendidikan dalam rangka mempersiapkan generasi seratus tahun Indonesia Merdeka (2045)

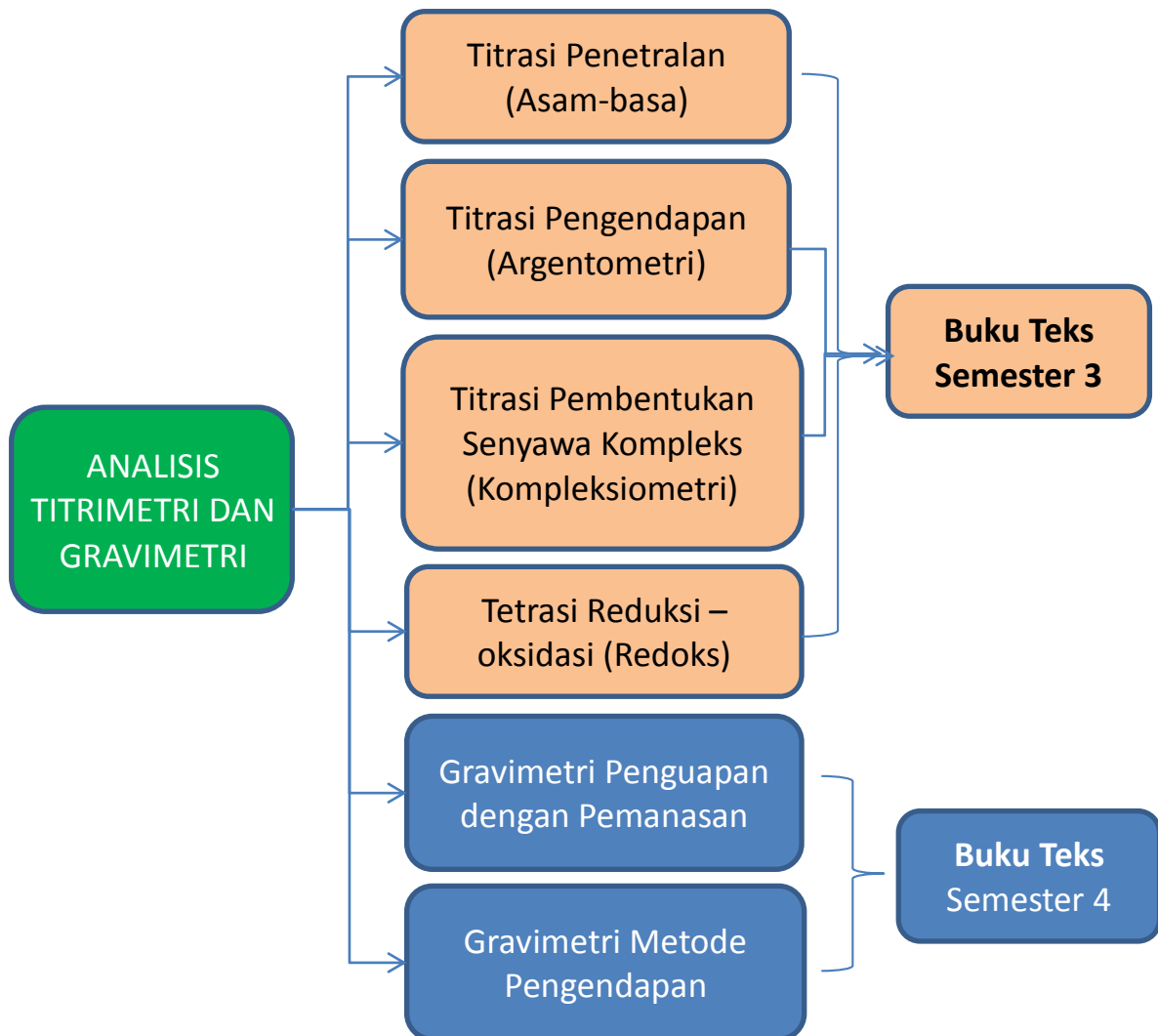
DAFTAR ISI

DAFTAR GAMBAR

DAFTAR TABEL

PETA KEDUDUKAN BAHAN AJAR

BUKU TEKS YANG SEDANG DIPELAJARI

ANALISIS TITRIMETRI DAN GRAVIMETRI
Titrasi Penetralan (Asam-basa)
Titrasi Pengendapan (Argentometri)
Titrasi Pembentukan Senyawa Kompleks (Kompleksiometri)
Tetrasi Reduksi – oksidasi (Redoks)
Gravimetri Penguapan dengan Pemanasan
Gravimetri Metode Pengendapan
Buku Teks Semester 3
Buku Teks Semester 4

GLOSARIUM

Bobot ekivalen	: Bobot satu ekivalen suatu zat dalam gram
Bobot molekul	: Bobot 1 mol suatu zat dalam gram
Ekivalen	: Banyaknya suatu zat yang memberikan atau bereaksi dengan 1 mo H^+ (asam basa), 1 mol elektron (redoks), atau 1 mol kation bervalensi satu (pengendapan dan pembentukan kompleks)
Indikator	: Suatu zat yang menunjukkan warna yang berlainan dengan kehadiran analit atau titran secara berlebih
Konsentrasi analit	: Banyaknya mol zat terlarut per liter tanpa memperdulikan reaksi apa saja yang mungkin terjadi bila zat terlarut itu dilarutkan
Kurva titrasi	: Suatu aluran pH (atau pOH) lawan mililiter titran (reaksi asam basa)
Larutan buffer	: Suatu larutan yang mengandung pasangan asam basa konjugat. Larutan semacam itu menolak perubahan pH yang besar ketika ditambahi ion $H3O^+$ atau OH^- dan ketika larutan itu diencerkan
Larutan standar	: Suatu larutan yang konsentrasinya telah ditetapkan dengan akurat
Ligan	: Zat yang bertindak sebagai suatu basa lewis dalam memberikan pasangan elektron kepada ion logam untuk membentuk suatu kompleks
Ligan bidentat	: Sebuah ligan yang memiliki dua gugus yang mampu membentuk dua ikatan dengan atom pusat
Ligan unidentat	: Suatu ligan yang hanya memiliki satu gugus yang mampu membentuk suatu ikatan dengan atom sentral
Mol	: Banyaknya suatu zat yang mengandung entitas sebanyak atom dalam 12 g nuklida karbon 12
Molaritas	: Banyaknya mol zat terlarut per liter larutan

Normalitas	: Banyaknya ekuivalen zat terlarut per liter larutan
Persen bobot	: Banyaknya zat terlarut dalam gram per 100 g larutan
Senyawa kompleks	: Sebuah molekul yang dibentuk oleh antaraksi antara sebuah ion logam dan ligan
Standarisasi	: Proses dengan mana konsentrasi suatu larutan ditetapkan dengan akurat
Standar primer	: Suatu zat yang tersedia dalam bentuk murni atau keadaan dengan kemurnian yang diketahui, yang digunakan untuk menstandarkan suatu larutan.
Titrimetri	: Analisa kuantitatif dengan mereaksikan suatu zat yang dianalisis dengan Larutan Standar (standar) yang telah diketahui konsentrasinya secara teliti
Titik akhir titrasi	: Suatu keadaan dalam titrasi pada saat indikator berubah warna
Titik ekivalen	: Titik dalam suatu titrasi dimana jumlah ekuivalen titran sama dengan jumlah ekuivalen analit
Titran	: Reagensia (suatu larutan standar) yang ditambahkan dari dalam sebuah buret untuk bereaksi dengan analitnya

I. PENDAHULUAN

A. Deskripsi

1. Pengertian

Istilah analisis titrimetri mengacu pada analisis kimia kuantitatif yang dilakukan dengan menetapkan volume suatu larutan yang konsentrasinya diketahui dengan tepat, yang diperlukan untuk bereaksi secara kuantitatif dengan larutan dari zat yang akan ditetapkan. Larutan dengan konsentrasi yang diketahui dengan tepat itu disebut larutan standar (vogel 1985). Analisis gravimetri merupakan analisis kuantitatif metode klasik,dimana analat direaksikan, kemudian hasil reaksi ditimbang untuk menentukan jumlah zat/komponen yang dicari.

2. Rasional

Tuhan telah menciptakan alam semesta ini dengan segala keteraturannya, dalam analisis titrimetri dan gravimetri keteraturan itu selalu ada.Oleh karena itu, segala sesuatu yang dipelajari dalam analisis titrimetri dan gravimetri membuktikan adanya kebesaran Tuhan. Keadaan lingkungan alam merupakan faktor penting bagi kehidupan manusia, bukan hanya manusia bahkan semua makhluk hidup. Lingkungan alam yang dijaga dengan baik maka akan memberikan ketenangan bagi kehidupan makhluk hidup.

3. Tujuan

Mata pelajaran Analisis Titrimetri dan Gravimetri bertujuan untuk:

a. Meyakini anugerah Tuhan pada pembelajaran analisis titrimetri dan gravimetri sebagai amanat untuk kemaslahatan umat manusia.
b. Menghayati sikap cermat, teliti dan tanggungjawab sebagai hasil dari pembelajaran analisis titrimetri dan gravimetri.
c. Menghayati pentingnya kerjasama sebagai hasil dari pembelajaran analisis titrimetri dan gravimetri.
d. Menghayati pentingnya kepedulian terhadap kebersihan lingkungan laboratorium kimia sebagai hasil dari pembelajaran analisis titrimetri dan gravimetri.
e. Menghayati pentingnya bersikap jujur, disiplin serta bertanggung jawab sebagai hasil dari pembelajaran analisis titrimetri dan gravimetri.
f. Menunjukkan perilaku ilmiah (memiliki rasa ingin tahu; objektif; jujur; teliti; cermat; tekun; ulet; hati-hati; bertanggung jawab; terbuka; kritis; kreatif; inovatif dan peduli lingkungan) dalam aktivitas sehari-hari sebagai wujud implementasi sikap ilmiahdalam melakukan percobaan dan berdiskusi.
g. Menghargai kerja individu dan kelompok dalam aktivitas sehari-hari sebagai wujud implementasi melaksanakan percobaan dan melaporkan hasil percobaan.
h. Memupuk sikap ilmiah yaitu jujur, obyektif, terbuka, ulet, kritis dan dapat bekerjasama dengan orang lain.
i. Mengembangkan pengalaman menggunakan metode ilmiah untuk merumuskan masalah, mengajukan dan menguji hipotesis melalui percobaan, merancang dan merakit instrumen percobaan, mengumpulkan, mengolah, dan menafsirkan data, serta mengkomunikasikan hasil percobaan secara lisan dan tertulis.
j. Mengembangkan kemampuan bernalar dalam berpikir analisis induktif dan deduktif dengan menggunakan konsep dan prinsip analisis titrimetri dan gravimetri untuk menjelaskan berbagai peristiwa alam dan menyelesaian masalah baik secara kualitatif maupun kuantitatif.

k. Menguasai konsep dan prinsip analisis titrimetri dan gravimetri mempunyai keterampilan mengembangkan pengetahuan, dan sikap percaya diri sebagai bekal kesempatan untuk melanjutkan pendidikan pada jenjang yang lebih tinggi serta mengembangkan ilmu pengetahuan dan teknologi.

4. Ruang Lingkup Materi

a. Teknik kerja titrasi penetralan.
b. Teknik kerja titrasi pengendapan (argentometri).
c. Teknik kerja titrasi pembentukan senyawa kompleks (kompleksometri).
d. Teknik kerja titrasi redoks (redoksimetri).
e. Fakta, prinsip, konsep, dan prosedur analisis gravimetri penguapan dengan pemanasan.
f. Fakta, prinsip, konsep, dan prosedur analisis gravimetri dengan pengendapan.

5. Prinsip-prinsip Belajar, Pembelajaran, dan Asesmen

a. Prinsip-prinsip Belajar

1) Berfokus pada siswa (*student center learning*).
2) Peningkatan kompetensi seimbang antara pengetahuan, keterampilan dan sikap.
3) Kompetensi didukung empat pilar yaitu : inovatif, kreatif, afektif dan produktif.

b. Pembelajaran

1) Mengamati (melihat, mengamati, membaca, mendengar, menyimak).
2) Menanya (mengajukan pertanyaan dari yang factual sampai ke yang bersifat hipotesis.
3) Pengumpulan data (menentukan data yang diperlukan, menentukan sumber data, mengumpulkan data).
4) Mengasosiasi (menganalisis data, menyimpulkan dari hasil analisis data).
5) Mengkomunikasikan (menyampaikan hasil konseptualisasi dalam bentuk lisan, tulisan diagram, bagan, gambar atau media).

c. Penilaian/asesmen

1) Penilaian dilakukan berbasis kompetensi.
2) Peniaian tidak hanya mengukur kompetensi dasar tetapi juga kompetensi inti dan standar kompetensi lulusan.
3) Mendorong pemanfaatan portofolio yang dibuat siswa sebagai instrument utama penilaian kinerja siswa pada pembelajaran di sekolah dan industri.
4) Penilaian dalam pembelajaran analisis titrimetri dan gravimetri dapat dilakukan secara terpadu dengan proses pembelajaran.
5) Aspek penilaian pembelajaran analisis titrimetri dan gravimetri meliputi hasil belajar dan proses belajar siswa.
6) Penilaian dapat dilakukan dengan menggunakan tes tertulis, observasi, tes praktik, penugasan, tes lisan, portofolio, jurnal, inventori, penilaian diri, dan penilaian antar teman.
7) Pengumpulan data penilaian selama proses pembelajaran melalui observasi juga penting untuk dilakukan.
8) Data aspek afektif seperti sikap ilmiah, minat, dan motivasi belajar dapat diperoleh dengan observasi, penilaian diri, dan penilaian antar teman.

B. Prasyarat

Persyaratan untuk menggunakan modul Analisis Titrimetri dan Gravimetri 1 ini adalah siswa program keahlian teknik kimia kelas XI semester 1 wajib yang telah lulus mata pelajaran Teknik Dasar Pekerjaan Laboratorium Kimia dan Rekayasa dan Mata Pelajaran Analisis Kimia Dasar di tingkat sebelumnya.

C. Petunjuk Penggunaan

1. Buku Analisis titrimetri dan gravimetri 1 digunakan untuk siswa Sekolah Menengah Kejuruan program keahlianTeknik Kimia kelas XI semester satu.
2. Siswa diharapkan membaca modul ini dan mengerjakan tes kemampuan awal serta tugas-tugas yang ada dalam modul ini.
3. Sebelum tuntas menyelesaikan satu kompetensi dasar (satu kegiatan pembelajaran) siswa tidak diperbolehkan melanjutkan pada kegiatan pembelajaran berikutnya.
4. Siswa dapat menyelesaikan modul ini baik melalui bimbingan guru ataupun belajar mandiri.

D. Tujuan Akhir

Mengembangkan pengalaman menggunakan metode ilmiah yang berkaitan dengan analisis titrimetri dan gravimetri untuk merumuskan masalah, mengajukan dan menguji hipotesis melalui percobaan, merancang dan merakit peralatan percobaan, mengumpulkan, mengolah, dan menafsirkan data, serta mengkomunikasikan hasil percobaan secara lisan dan tertulis. Menguasai konsep dan dan mampu menerapkan prinsip titrimetri dan gravimetri serta mempunyai keterampilan mengembangkan pengetahuan dan sikap percaya diri khususnya dalam hal teknik kerja titrasi penetralan, teknik kerja titrasi pengendapan (Argentometri), teknik kerja titrasi pembentukan senyawa kompleks (kompleksometri) dan teknik kerja titrasi titrasi reduksi-oksidasi (titrasi redoks).

E. Kompetensi Inti dan Kompetensi Dasar

KOMPETENSI INTI	KOMPETENSI DASAR*
1. Menghayati dan mengamalkan ajaran agama yang dianutnya.	1.1 Meyakini anugerah Tuhan pada pembelajaran analisis titrimetric dan gravimetri sebagai amanat untuk kemaslahatan umat manusia.
2. Menghayati dan mengamalkan perilaku jujur, disiplin, tanggungjawab, peduli (gotong royong, kerjasama, toleran, damai), santun, responsif dan proaktif dan menunjukkan sikap sebagai bagian dari solusi atas berbagai permasalahan dalam berinteraksi secara efektif, dengan lingkungan sosial dan alam serta dalam menempatkan diri sebagai cerminan bangsa dalam pergaulan dunia.	2.1 Menghayati sikap teliti, cermat dan disiplin sebagai hasil dari analisis titrimetri dan gravimetri. 2.2 Menghayati sikap jujur dan tanggung jawab sebagai hasil pembelajaran dari analisis titrimetri dan gravimetri. 2.3 Menghayati pentingnya kepedulian terhadap kebersihan lingkungan laboratorium kimia sebagai hasil dari pembelajaran analisistitrimetri dan gravimetri. 2.4 Menghayati sikap teliti dan tanggung jawab sebagai hasil dari pembelajaran analisis titrimetri dan gravimetri.
3. Memahami, menerapkan, dan menganalisis pengetahuan faktual, konseptual, prosedural berdasar-kan rasa ingintahunya tentang ilmu pengetahuan, teknologi, seni, budaya, dan humaniora dalam wa-wasan kemanusiaan, kebangsaan, kenegaraan, dan peradaban terkait penyebab fenomena dan kejadian dalam bidang kerja yang spesifik sesuai bakat dan minatnya untuk memecahkan masalah.	3.1 Menerapkan teknik kerja titrasi penetralan. 3.2 Menerapkan teknik kerja titrasi pengendapan (Argentometri). 3.3 Menerapkanteknik kerja titrasi pembentukan senyawa kompleks (kompleksometri). 3.4 Menerapkan teknik kerja titrasi titrasi reduksi-oksidasi (titrasi redoks).
4. Mengolah, menalar, dan menyaji dalam ranah konkret dan ranah abstrak terkait dengan pengem-bangan dari yang dipelajari-nya di sekolah secara mandiri dan mampu melaksanakan tugas spesifik di bawah pengawasan langsung.	4.1 Menerapkan teknik kerja titrasi penetralan. 4.2 Menerapkan teknik kerja titrasi pengendapan (Argentometri). 4.3 Menerapkan teknik kerja titrasi pembentukan senyawa kompleks (kompleksometri). 4.4 Menerapkan teknik kerja titrasi titrasi reduksi-oksidasi (titrasi redoks).

* : Kompetensi dasar 3.5-3.6 dan 4.5 – 4.6 tidak ditulis dalam modul ini

F. Cek Kemampuan Awal

No	Cek Kemampuan Awal	Ya	Tidak
1.	Apakah anda mengetahui prinsip dasar analisis titrimetri?	☐	☐
2.	Apakah anda mengetahui jenis-jenis analisis titrimetri?	☐	☐
3.	Apakah anda mengetahui jenis-jenis larutan standar yang digunakan dalam titrasi?	☐	☐
4.	Apakah anda mengetahui persyaratan larutan standar primer?	☐	☐
5.	Apakah anda dapat menuliskan peralatan yang dibutuhkan untuk melakukan titrasi?	☐	☐
6.	Apakah anda mengetahui prinsip dasar titrasi penetralan?	☐	☐
7.	Apakah anda mengetahui jenis-jenis titrasi penetralan?	☐	☐
8.	Apakah anda dapat menentukan titik akhir titrasi penetralan?	☐	☐
9.	Apakah anda dapat menyebutkan macam-macam larutan standar primer yang dapat digunakan dalam titrasi penetralan?	☐	☐
10.	Apakah anda menyebutkan macam-macam larutan standar sekunder yang dapat digunakan dalam titrasi penetralan ?	☐	☐
11.	Apakah anda dapat menuliskan 2 contoh indikator asam-basa?	☐	☐
12.	Apakah anda dapat melakukan perhitungan hasil titrasi penetralan?	☐	☐
13.	Apakah anda dapat menyebutkan contoh sampel yang dapat dianalisa menggunakan metode titrasi penetralan?	☐	☐
14.	Apakah anda mengetahui prinsip dasar titrasi pengendapan?	☐	☐
15.	Apakah anda mengetahui jenis-jenis titrasi pengendapan?	☐	☐
16.	Apakah anda dapat menentukan titik akhir titrasi pengendapan?	☐	☐
17.	Apakah anda menyebutkan macam-macam larutan standar primer yang dapat digunakan dalam titrasi pengendapan?	☐	☐

No	Cek Kemampuan Awal	Ya	Tidak
18.	Apakah anda dapat menyebutkan macam-macam larutan standar sekunder yang dapat digunakan dalamtitrasi pengendapan?	☐	☐
19.	Apakah anda dapat menuliskan 2 contoh indikator pengendapan?	☐	☐
20.	Apakah anda dapat melakukan perhitungan hasil titrasi pengendapan?	☐	☐
21.	Apakah anda dapat menyebutkan contoh sampel yang dapat dianalisa menggunakan metode titrasi pengendapan?	☐	☐
22.	Apakah anda mengetahui prinsip dasar titrasi pembentukan senyawa kompleks?	☐	☐
23.	Apakah anda dapat menentukan titik akhir titrasi pembentukan senyawa kompleks?	☐	☐
24.	Apakah anda menyebutkan macam-macam larutan standar primer yang dapat digunakan dalam titrasi pembentukan senyawa kompleks?	☐	☐
25.	Apakah anda dapat menyebutkan macam-macam larutan standar sekunder yang dapat digunakan dalam titrasi pembentukan senyawa kompleks?	☐	☐
26.	Apakah anda dapat menuliskan 2 contoh indikator pembentukan senyawa kompleks?	☐	☐
27.	Apakah anda dapat melakukan perhitungan hasil titrasi pembentukan senyawa kompleks?	☐	☐
28.	Apakah anda dapat menyebutkan contoh sampel yang dapat dianalisa menggunakan metode titrasi pembentukan senyawa kompleks?	☐	☐
29.	Apakah anda mengetahui prinsip dasar titrasi reduksi oksidasi?	☐	☐
30.	Apakah anda mengetahui jenis-jenis titrasi reduksi oksidasi?	☐	☐
31.	Apakah anda dapat menentukan titik akhir titrasi reduksi oksidasi?	☐	☐
32.	Apakah anda dapat menyebutkan macam-macam larutan standar primer yang dapat digunakan dalam titrasi reduksi oksidasi?	☐	☐

No	Cek Kemampuan Awal	Ya	Tidak
33.	Apakah anda menyebutkan macam-macam larutan standar sekunder yang dapat digunakan dalam titrasi reduksi oksidasi?	☐	☐
34.	Apakah anda dapat menuliskan 2 contoh indikator reduksi oksidasi?	☐	☐
35.	Apakah anda dapat melakukan perhitungan hasil titrasi reduksi oksidasi?	☐	☐
36.	Apakah anda dapat menyebutkan contoh sampel yang dapat dianalisa menggunakan metode titrasi reduksi oksidasi?	☐	☐

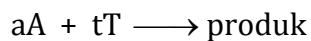
II. PEMBELAJARAN

Kegiatan Pembelajaran 1. Teknik Kerja Titrasi Penetralan

A. Deskripsi

Analisis titrimetri atau analisa volumetri adalah analisa kuantitatif dengan mereaksikan suatu zat yang dianalisis dengan larutan standar (standar) yang telah diketahui konsentrasinya secara teliti, dan reaksi antara zat yang dianalisis dan larutan standar tersebut berlangsung secara kuantitatif.

Analisa titrimetri merupakan satu bagian utama kimia analisis dan perhitungannya berdasarkan hubungan stoikiometri sederhana dari reaksi-reaksi kimia.

$$aA + tT \longrightarrow \text{produk}$$

dimana a molekul analit A, bereaksi dengan t molekul reagensia T. Reagensia T disebut **titran**, ditambahkan sedikit-demi sedikit, biasanya dari dalam buret. Larutan dalam buret bisa berupa larutan standar yang konsentrasinya diketahui dengan cara standarisasi ataupun larutan dari zat yang akan ditentukan konsentrasinya. Penambahan titran diteruskan sampai jumlah T yang secara kimia setara atau ekuivalen dengan A, maka keadaan tersebut dikatakan telah mencapai titik ekuivalensi atau disingkat TE dari titrasi itu. Namun kapan tepatnya tercapai suatu titik ekuivalensi tidak dapat dilihat secara kasat mata. Untuk mengetahui kapan penambahan titran itu harus dihentikan, digunakanlah suatu zat yang disebut indikator yang dapat menunjukkan terjadinya kelebihan titran dengan perubahan warna. Perubahan warna ini bisa tepat atau tidak tepat pada titik ekuivalensi. Titik dalam titrasi pada saat indikator berubah warna disebut titik akhir titrasi atau disingkat TA, idealnya adalah titik akhir titrasi sedekat mungkin dengan titik ekuivalensi sehingga pemilihan indikator yang tepat

merupakan salah satu aspek yang penting dalam analisis Volumetri (Titrimetri) untuk mengimpitkan kedua titik tersebut.

Gambar 1. Proses Titrasi

Berdasarkan reaksi kimia yang berperan sebagai dasar dalam analisis titrimetri, maka metoda analisa Titrimetri dikelompokkan dalam empat jenis, yaitu ;

1. Reaksi Asam-basa
2. Reaksi Oksidasi – Reduksi
3. Reaksi Pengendapan
4. Reaksi Pembentukan Kompleks

Berdasarkan cara titrasinya, titrimetri dikelompokkan menjadi:

1. Titrasi langsung. Cara ini dilakukan dengan melakukan titrasi langsung terhadap zat yang akan ditetapkan.
2. Titrasi tidak langsung. Cara ini dilakukan dengan cara penambahan titran dalam jumlah berlebihan, kemudian kelebihan titran dititrasi dengan titran lain, volume titrasi yang didapat menunjukkan jumlah ekuivalen dari kelebihan titran, sehingga diperlukan titrasi blanko. Larutan blanko adalah larutan yang berisi semua pereaksi yang digunakan tanpa sampel.

Syarat reaksi yang harus dipenuhi dalam analisis Titrimetri adalah:

1. Reaksi harus berjalan sesuai dengan suatu persamaan reaksi tertentu. Tidak boleh ada reaksi samping.
2. Harus ada perubahan yang terlihat pada saat titik ekuivalen tercapai, baik secara kimia maupun fisika.
3. Harus ada indikator yang cocok untuk menentukan titik akhir titrasi, jika reaksi tidak menunjukkan perubahan kimia atau fisika. Indikator potensiometrik dapat digunakan pula.
4. Reaksi harus berlangsung cepat, sehingga titrasi dapat dilakukan dalam beberapa menit.

Dalam bahan makanan banyak mengandung senyawa yang bersifat asam ataupun basa, misalnya asam askorbat dalam buah-buahan, asam asetat dalam cuka, senyawa karbonat dalam minuman dan lain-lain. Komponen utama cuka yang terdapat di pasaran adalah asam asetat walaupun terdapat sedikit asam lain di dalamnya. Biasanya kadar total asam dalam cuka dinyatakan dengan konsentrasi asam asetat. Dalam beberapa kasus kadar asam asetat yang terdapat di dalam larutan cuka tersebut tidak sesuai dengan nilai konsentrasi asam asetat yang tercantum dalam kemasan cuka tersebut.

Untuk menentukan kadar senyawa-senyawa tersebut dapat dilakukan analisis dengan menggunakan metode titrasi berdasarkan reaksi penetralan (asam basa). Sebelum melakukan titrasi penetralan perlu memahami prinsip dasar reaksi penetralan yaitu reaksi antara ion hidrogen yang berasal dari asam dengan ion hidroksida yang berasal dari basa sehingga menghasilkan air yang bersifat netral. Setelah memahami prinsip dasar titrasi penetralan kemudian melakukan pemilihan larutan standar yang akan digunakan untuk mentitrasi sampel, melakukan standarisasi larutan standar, melakukan titrasi sampel dan melakukan perhitungan kadar sampel serta bagaimana membuat laporan hasil titrasi. Untuk mengetahui kapan suatu titrasi berakhir (titik akhir titrasi) maka diperlukan suatu

indikator. Indikator yang digunakan harus dipilih agar trayek pH indikator sesuai dengan trayek pH titrasi pada saat titik ekivalen tercapai sehingga titik akhir titrasi dapat ditentukan dengan tepat pada saat indikator tepat berubah warna dan tidak berubah lagi warnanya setelah beberapa detik.

B. Kegiatan Belajar

1. Tujuan Pembelajaran

Setelah mempelajari bahan ajar ini siswa diharapkan mampu menerapkan teknik kerja titrasi pada penentuan sampel berdasarkan reaksi penetralan.

2. Uraian Materi

Pada dasarnya, larutan yang kita kenal dalam kehidupan sehari-hari dapat kita kelompokkan menjadi larutan yang bersifat asam, basa, atau garam. Larutan seperti cuka, sirup, penghilang noda, sabun cuci, sabun mandi, soda kue, dan garam dapur adalah contoh larutan asam, basa atau garam yang banyak kita jumpai setiap hari.

Bagaimana Anda dapat membedakan larutan asam dan basa?

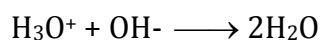
Lakukan langkah-langkah berikut:

a. Buatlah air perasan jeruk, larutan sabun, larutan garam dapur dan larutan soda kue!
b. Tuang setiap larutan dalam gelas kimia/gelas plastik (kemasan air mineral) yang sudah tidak terpakai!
c. Setiap larutan dituang ke dalam gelas yang berbeda!
d. Uji semua larutan dengan kertas lakmus merah dan biru!
e. Amati dan catat apa yang terjadi pada kertas lakmus!

Lakukan pengamatan terhadap kegiatan observasi berikut:

a. Apa yang terjadi ketika kertas lakmus merah dan biru dicelupkan ke dalam larutan jeruk?
b. Apa yang terjadi ketika kertas lakmus merah dan biru dicelupkan ke dalam larutan deterjen dan soda kue?
c. Apa yang terjadi ketika kertas lakmus merah dan biru dicelupkan ke dalam larutan garam?
d. Jika larutan jeruk merupakan larutan asam, kertas lakmus akan berubah dari warna .... menjadi warna ....
e. Jika larutan soda kue merupakan larutan basa, kertas lakmus akan berubah dari warna .... menjadi warna ....
f. Jika larutan garam adalah larutan netral, kertas lakmus akan berubah dari warna .... menjadi warna ....

Titrasi penetralan didasarkan pada reaksi netralisasi proton (asam) oleh ion hidroksil (basa) atau sebaliknya :

$$H_3O^+ + OH^- \longrightarrow 2H_2O$$

Yang termasuk ke dalam titrimetri penetralan adalah Asidimetri (kadar suatu sampel basa ditetapkan dengan larutan standar asam) dan alkalimetri (kadar suatu sampel asam ditetapkan dengan larutan standar basa). Reaksi netralisasi yakni reaksi antara ion hidrogen yang berasal dari asam dengan ion hidroksida yang berasal dari basa untuk menghasilkan air yang bersifat netral. Netralisasi dapat juga dikatakan sebagai reaksi antara donor proton (asam) dengan penerima proton (basa).

$$H^+ + OH^- \rightleftarrows H_2O$$

Asidimetri merupakan penetapan kadar secara kuantitatif terhadap senyawa-senyawa yang bersifat basa dengan menggunakan baku asam, pada prakteknya, zat baku asam berada dalam buret atau sebagai titran, sedangkan

analitnya berada di labu erlemeyer. sebaliknya alkalimetri adalah penetapan kadar senyawa-senyawa yang bersifat asam (di erlemeyer) dengan menggunakan baku basa (di buret).

Titrasi asam-basa banyak digunakan secara luas untuk analisis kimia, sebagai permulaan lakukan kegiatan berikut:

a. Identifikasi senyawa asam atau basa yang terdapat di lingkungan sekitar yang dapat ditentukan kadarnya dengan cara titrasi penetralan (asam-basa)!
b. Bandingkan hasilnya dengan hasil identifikasi teman, apakah ada perbedaan!
c. Diskusikan hasilnya dan simpulkan!

a. Larutan Standar

Larutan standar adalah larutan yang dibuat dan diketahui konsentrasinya secara teliti. Larutan standar dikelompokkan menjadi larutan standar primer dan sekunder. Larutan standar primer adalah larutan baku yang konsentrasinya dapat langsung diketahui dari berat bahan yang sangat murni yang dilarutkan dan volume larutannya diketahui. Larutan standar sekunder yaitu larutan baku yang konsentrasinya tidak diketahui dengan pasti karena bahan yang digunakan untuk membuat larutan tersebut memiliki kemurnian yang rendah. Syarat-syarat larutan standar primer adalah sebagai berikut:

1) Kemurnian tinggi atau mudah dimurnikan (misalnya dengan dikeringkan) dan mudah dipertahankan dalam keadaan murni
2) Zat harus mudah diperoleh (tersedia dengan mudah)
3) Zat harus tidak berubah dalam udara selama penimbangan (stabil terhadap udara)

4) Bukan kelompok hidrat
5) Zat mempunyai berat ekivalen yang tinggi
6) Zat mudah larut
7) Jika suatu reagensia tersedia dalam keadaan murni, suatu larutan dengan normalitas tertentu disiapkan hanya dengan menimbang satu ekivalen atau kelipatan dari satu ekivalen, melarutkannya dalam pelarut, biasanya air dan mengencerkan larutan sampai volume yang diketahui. Pada prakteknya lebih mudah untuk menyiapkan larutan standar tersebut lebih pekat daripada yang diperlukan,kemudian mengencerkannya dengan air suling sampai diperoleh normalitas yang dikehendaki. Jika N_1 adalah normalitas yang diperlukan, V_1 Volume setelah pengenceran, N_2 normalitas yang semula dan V_2 volume semula yang dipakai maka : $V_1N_1 = V_2N_2$

Beberapa contoh zat yang dapat diperoleh dalam keadaan kemurnian tinggi, sehingga cocok untuk larutan standar primer diantaranya adalah: natrium karbonat, kalium hidrogenftalat, asam benzoat, natrium tetraborat, asam sulfamat, kalium hidrogen iodat, natrium oksalat, perak, natrium klorida, kalium klorida, iod, kalium bromat, kalium iodat, kalium dikromat dan arsen (II) oksida.

Bila reagensia tidak tersedia dalam bentuk murni misalnya hidroksida alkali dan beberapa asam anorganik, maka mula-mula siapkan larutan dengan normalitas mendekati yang diperlukan kemudian larutan tersebut harus distandarkan dengan titrasi terhadap larutan dari zat murni dengan konsentrasi yang diketahui. Beberapa contoh larutan standar sekunder yang harus distandarkan terhadap larutan standar primer diantaranya adalah: larutan asam klorida, natrium hidroksida, kalium hidroksida, barium hidroksida, kalium permanganat, amonium tiosianat, kalium tiosianat dan natrium tiosulfat.

Untuk pekerjaan-pekerjaan yang bersifat rutin, sebagai penitrasi sampel asam biasanya dipakai larutan NaOH yang merupakan larutan standar sekunder, sedangkan untuk menitrasi larutan sampel basa digunakan larutan HCl yang juga adalah larutan sekunder. Larutan-larutan NaOH dan HCl disebut sebagai "larutan kerja" (*working solution*) yang harus dibakukan (distandarisasi) oleh larutan-larutan standar primernya masing-masing. Konsentrasi-konsentrasi larutan yang digunakan umumnya sekitar 0,1000 N atau 0,1000 M)

Dapatkah larutan standar primer digunakan untuk mentitrasi sampel? Apakah lebih efektif penggunaan larutan standar primer untuk mentitrasi sampel dibandingkan menggunakan larutan standar sekunder ?

Larutan standar NaOH biasanya distandarisasi oleh larutan standar primer seperti asam oksalat atau kalium dihidrogen ptalat. Larutan HCl biasanya distandarisasi oleh Larutan Standar primer seperti boraks atau dinatrium karbonat. Larutan standar primer yang digunakan secara meluas untuk menstandarisasi larutan basa adalah kalium 17dihidrogenptalat disingkat KHP ($KHC_8H_4O_4$), asam sulfamat (HSO_3NH_2) dan kalium 17hidrogen iodat ($KH(IO_3)_2$), sedangkan larutan standar primer yang lazim digunakan untuk menstandarisasi larutan asam adalah natrium karbonat (Na_2CO_3), dan tris(hidroksimetil)aminometana ($(CH_2OH)_3CNH_2$)

Cara Menentukan Titik Ekivalensi Atau TE

Ada dua cara umum untuk menentukan titik ekuivalen atau TE pada titrasi asam basa.

1) Memakai pH meter untuk memonitor perubahan pH selama titrasi dilakukan, kemudian membuat plot antara pH dengan volume titran untuk memperoleh kurva titrasi. Titik tengah dari kurva titrasi tersebut adalah "titik ekuivalen".

2) Memakai indikator asam basa. Indikator ditambahkan pada titrant sebelum proses titrasi dilakukan. Indikator ini akan berubah warna ketika titik ekuivalen telah terlewati, pada saat indikator mulai berubah warna inilah titik akhir titrasi tercapai maka proses titrasi kita hentikan.

Pada umumnya cara kedua dipilih disebabkan kemudahan pengamatan, tidak diperlukan alat tambahan, dan sangat praktis.

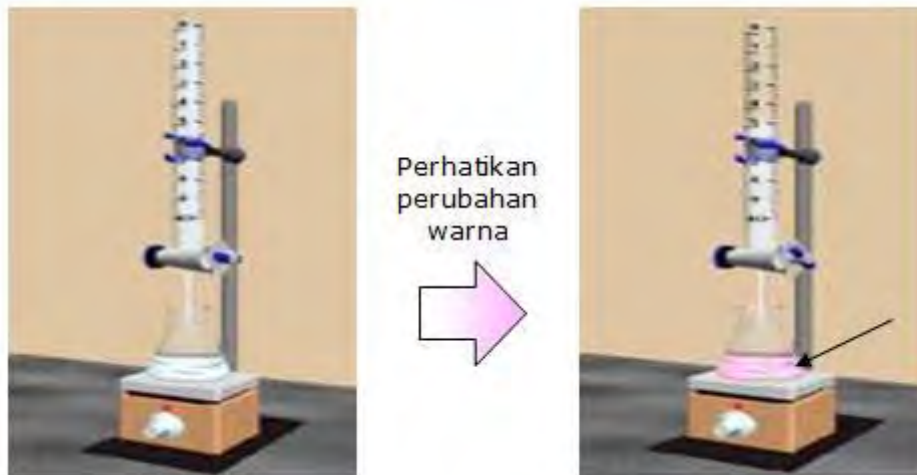
Untuk memperoleh ketepatan hasil titrasi maka titik akhir titrasi dipilih sedekat mungkin dengan titik ekuivalen, hal ini dapat dilakukan dengan memilih indikator yang tepat dan sesuai dengan titrasi yang akan dilakukan.

Keadaan dimana titrasi dihentikan dengan cara melihat perubahan warna indikator disebut sebagai "titik akhir titrasi" atau sering disingkat TA titrasi.

b. Larutan Indikator

Bagaimana kita mengetahui bahwa titrasi yang kita lakukan telah selesai? Untuk mengetahui kapan asam dan basa tepat bereaksi (ekivalen) dapat digunakan 18ndicator. Dalam prakteknya titrasi dihentikan pada saat 18ndicator (larutan) berubah warna. Menurut W. Ostwald, 18ndicator adalah suatu senyawa 18ndicat kompleks dalam bentuk asam (Hin) atau dalam bentuk basa (InOH) yang mampu berada dalam keadaan dua macam bentuk warna yang berbeda dan dapat saling berubah warna dari bentuk satu ke bentuk yang lain pada konsentrasi H+ tertentu atau pada pH tertentu.

Indikator untuk suatu titrasi dipilih sedemikian rupa sehingga pH pada titik ekivalen berada pada rentang pH indikatornya. Jalannya proses titrasi netralisasi dapat diikuti dengan melihat perubahan pH larutan selama

titrasi. Seperti diketahui, warna 19ndicator asam-basa tergantung pada pH larutan. pH pada saat asam dan basa tepat ekivalen disebut titik ekivalen. Titik ekivalen ini tergantung pada kekuatan asam dan basa yang direaksikan. Pemilihan indikator menjadi hal yang sangat penting agar perubahan warna tepat pada saat dan di sekitar titik ekuivalen supaya kesalahan titrasi sekecil-kecilnya. Dapatkan titik akhir titrasi tepat sama dengan titik ekivalennya?

Gambar 2. Perubahan warna indikator dalam larutan sebelum dan setelah titik akhir

Untuk menentukan titik akhir titrasi digunakan indikator. Banyak asam dan basa organik lemah yang bentuk ion dan bentuk tak terdisosiasinya menunjukkan warna yang berlainan. Molekul-molekul semacam itu dapat digunakan untuk menetapkan kapan telah ditambahkan cukup titran dan disebut indikator tampak (visual indikator).

Tabel 1 menunjukkan berbagai indikator asam basa serta perubahan warnanya pada rentang pH tertentu.

Tabel 1. Indikator asam - basa

Nama Indikator	Warna Asam	Warna Basa	Rentang perubahan pH
Biru timol	Merah	Kuning	1,3 – 3,0
Kuning metil	Merah	Kuning	2,9 – 4,0
Jingga metil	Merah	Kuning jingga	3,1 – 4,4
Biru brom fenol	Kuning	Pink	3,0 – 4,6
Hijau brom kresol	Kuning	Biru	4,8 – 5,4
Metil merah	Merah	Kuning	4,2 – 6,2
Biru brom timol	Kuning	Biru	6,0 – 7,6
Merah fenol	Kuning	Merah	6,4 – 8,0
Fenolftalein	Tidak berwarna	Pink	8,0 – 10,0
Timolftalein	Tidak berwarna	Biru	8,3 – 10,5

Sumber: http//blogspot.com

Gambar 3. Perubahan warna pada indikator Fenolftalein pada berbagai nilai pH

Sumber: http//blogspot.com

Gambar 4. Perubahan warna pada indikator Brom Timol Biru pada berbagai nilai pH

Sumber: http//blogspot.com

Gambar 5. Perubahan warna pada indikator Metil Merah pada berbagai nilai pH

c. Penyiapan Larutan Indikator

Biasanya larutan indikator untuk persediaan mengandung 0,5 – 1 gram indikator per liter pelarut. Jika zat itu dapat larut dalam air, misalnya garam natrium maka pelarutnya adalah air. Selain air, pelarut yang sering digunakan adalah etanol 70-90 persen.

Untuk beberapa tujuan diperlukan suatu perubahan warna yang tajam pada satu jangka pH yang sempit dan terpilih, hal tersebut tidak mudah terlihat

bila menggunakan indikator asam-basa yang biasa karena perubahan warna merentang sepanjang dua satuan pH. Untuk keperluan tersebut digunakan campuran indikator yang sesuai, sehingga nilai pK'In keduanya berada dekat satu sama lain dan warna-warna yang bertindihan adalah komplementer pada suatu nilai pH pertengahan. Contoh campuran indikator dan kegunaannya adalah campuran biru timol dan merah kresol yang digunakan untuk menitrasi karbonat ke tahap hidrogen karbonat. Berubah dari kuning menjadi violet pada pH 8,3.

Untuk titrasi asam lemah dengan basa lemah atau sebaliknya, penggunaan indikator asam basa tidak menghasilkan suatu perubahan warna yang jelas. Untuk titrasi-titrasi tersebut harus digunakan cara-cara instrumental, seperti konduktometri (adalah dengan cara mengukur nilai hantaran listrik larutan), potensiometri (adalah dengan cara mengukur nilai potensial atau volt larutan), dan spektrometri (adalah analisis yang menggunakan bantuan cahaya).

d. Jenis titrasi asam-basa

1) Asam Kuat dengan Basa Kuat
2) Asam Kuat dengan Basa Lemah
3) Asam Lemah dengan Basa Lemah
4) Asam Lemah dengan Basa KuatAsam kuat dan Basa kuat terdisosiasi lengkap dalam larutan air, jadi pH pada berbagai titik (volume titran) selama titrasi dapat dihitung langsung dari kuantitas stoikiometri asam dan basa yang bereaksi. Perubahan besar pada pH selama titrasi digunakan untuk menentukan kapan titik kesetaraan itu dicapai.

Pembuatan suatu kurva titrasi dapat membantu pemahaman untuk menentukan apakah suatu reaksi dapat digunakan dalam suatu titrasi, selain itu kurva titrasi ini juga dapat membantu dalam mempertimbangkan

kelayakan suatu titrasi dan pemilihan indikator yang tepat. Kurva titrasi terdiri dari suatu alur pH (pOH) sebagai sumbu Y terhadap mililiter titran sebagai sumbu X.

Untuk membuat suatu kurva titrasi lakukan hal berikut :

Larutan HCl 0,1 M sebanyak 50 ml dititrasi dengan NaOH 0,1 M. Hitunglah pH pada awal titrasi (volume titran = 0), setelah penambahan titran NaOH (volume titran = 10 mL) sampai tercapai titik ekivalen (volume titran = 50 mL) dan titik akhir titrasi (volume titran = 60 mL) kemudian buatlah kurva titrasinya dengan mengalurkan pH terhadap volume titran.

Asam kuat dan basa kuat terdisosiasi dengan lengkap dalam larutan air sehingga pH pada berbagai titik selama titrasi dapat dihitung langsung dari kuantitas stoikiometri asam dan basa. Pada titik kesetaraan (ekivalen) pH ditetapkan oleh disosiasi air pada 25 ^{o}C pH air murni adalah 7,00.

1) pH awal.

   HCl adalah asam kuat dan terdisosiasi dengan lengkap
   jadi $[H_3O^+]$ = 0,1
   pH = 1,00

2) pH setelah penambahan 10 ml NaOH 0,1 M.

   Reaksi yang terjadi selama titrasi adalah :

   $H_3O^+ + OH^- \rightleftarrows 2H_2O$

   Tetapan kesetimbangan (K) adalah 1 / Kw atau 1,0 x 1014. Ini tetapan yang sangat besar yang berarti bahwa reaksi memang berjalan sempurna.
   Diawali dengan 50 ml HCl x 0,1 mmol / ml = 5,0 mol H_3O^+ dan ditambahkan 10 ml NaOH x 0,1 mmol / ml = 1,0 mmol OH^-

Dengan mengandaikan reaksi berjalan lengkap didapat

5,0 – 1,0 = 4,0 mmol H_3O^+ berlebih dalam 60 ml larutan.

Jadi

$$[H3O+] = \frac{4,0 \text{ mmol}}{60 \text{ ml}} = 6,67 \times 10 - 2 \text{ mmol / ml}$$

$$pH = 2 - \log 6,67 = 1,18$$

Nilai pH untuk volume-volume lain dari titran dapat dihitung dengan cara yang sama.

3) pH pada titik kesetaraan (Ekivalen).

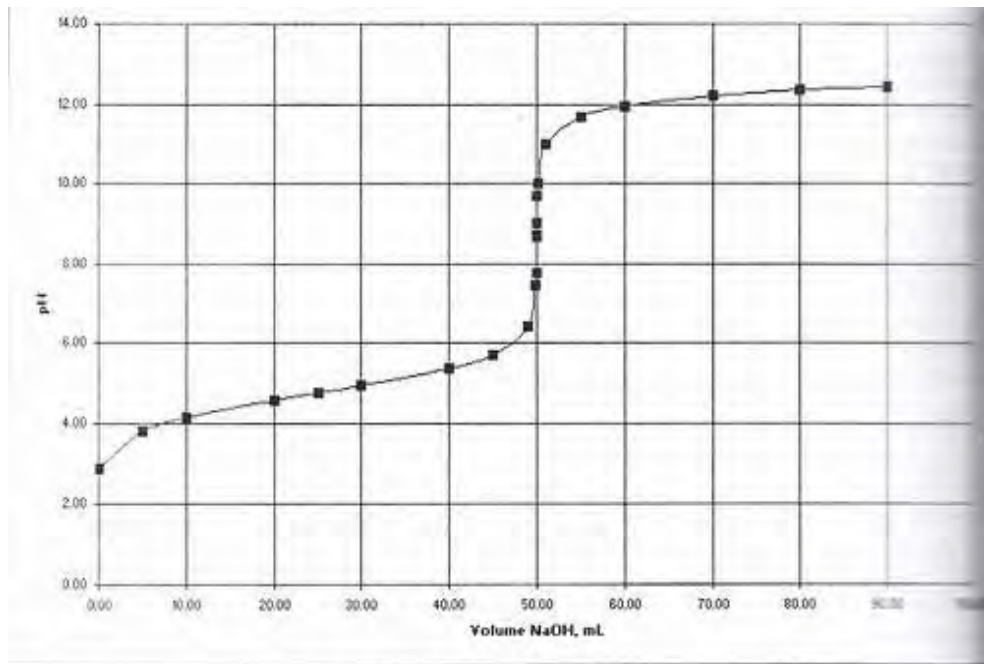
Titik kesetaraan dicapai ketika 50 ml NaOH telah ditambahkan. Karena dalam reaksi HCl dan NaOH tersebut terbentuk garam (NaCl), tidak asam ataupun basa (tidak dihidrolisis), maka larutan tersebut netral [H3O+] = [OH-] = 1,0 x 10-7 jadi pH = 7 seperti dalam air murni.

4) pH setelah penambahan 60 ml NaOH

Pada titik ini telah ditambahkan 60 ml NaOH x 0,1 mmol / ml = 6,0 mmol OH^-. Diperoleh 6,0 – 5,0 = 1,0 mmol / ml oH^- berlebih dalam larutan sebanyak 110 ml. Jadi

$$[OH-] = \frac{1,0 \text{ mmol}}{110 \text{ ml}} = 9,1 \times 10^{-3} \text{ mmol / ml}$$

pOH = 3 – log 9,1 = 2,04

pH = 14 – 2,04 = 11,96

Gambar 6. Kurva titrasi netralisasi asam kuat dan basa kuat

Pada kurva titrasi di atas, mula-mula nilai pH naik secara lambat kemudian bertambah lebih cepat pada saat menghampiri titik ekuivalen (pH=7). Dari kurva ini juga dapat diketahui bahwa indikator yang dapat dipakai adalah indikator yang mempunyai perubahan warna antara pH 7 – 10 karena kesalahan titrasinya kecil (belum berarti).

3. Refleksi

Petunjuk

a. Tuliskan nama dan KD yang telah Anda selesaikan pada lembar tersendiri
b. Tuliskan jawaban pada pertanyaan pada lembar refleksi!
c. Kumpulkan hasil refleksi pada guru Anda

LEMBAR REFLEKSI

a. Bagaimana kesan anda setelah mengikuti pembelajaran ini?

………

………

………

b. Apakah anda telah menguasai seluruh materi pembelajaran ini? Jika ada materi yang belum dikuasai tulis materi apa saja!

………

………

………

c. Manfaat apa yang anda peroleh setelah menyelesaikan pelajaran ini?

………

………

………

d. Apa yang akan anda lakukan setelah menyelesaikan pelajaran ini?

………

………

………

e. Tuliskan secara ringkas apa yang telah anda pelajari pada kegiatan pembelajaran ini!

………

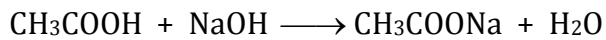
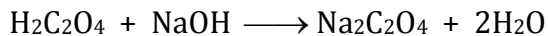
………

………

4. Tugas

a. Lakukan percobaan titrasi untuk menentukan kadar asam asetat yang terdapat dalam beberapa larutan cuka komersial dengan titrasi asam basa menggunakan Larutan Standar natrium hidroksida.

Reaksi titrasi adalah:

$$CH_3COOH + NaOH \longrightarrow CH_3COONa + H_2O$$

Karena asam asetat adalah asam lemah perubahan pH larutan pada titik akhir titrasi lebih sempit dari pada perubahan pH titrasi asam kuat dengan basa kuat. Oleh karena itu indikator yang tepat harus dipilih dengan tepat. Larutan NaOH digunakan sebagai larutan penitrasi larutan cuka. Larutan NaOH adalah Larutan Standar sekunder sehingga harus dibakukan terlebih dahulu sebelum digunakan untuk titrasi sampel cuka. Larutan NaOH dibakukan dengan larutan asam oksalat dengan menggunakan indikator fenolftalein menurut reaksi :

$$H_2C_2O_4 + NaOH \longrightarrow Na_2C_2O_4 + 2H_2O$$

Alat:

1) Neraca analitik
2) Labu ukur 100 ml
3) Corong gelas
4) Pipet volume 25 ml
5) Ball filler pipet
6) Gelas kimia 500 ml
7) Buret 50 ml
8) Erlenmeyer 250 ml
9) Pipet ukur 10 ml
10) Pipet tetes
11) Botol semprot

Bahan:

1) Larutan NaOH 0,1 M
2) $H_2C_2O_4.2H_2O$
3) Indikator fenolftalein
4) Indikator metil jingga
5) Sampel cuka
6) Aquades

Langkah kerja:

1) Pembuatan Larutan Standar

a) Primer Asam Oksalat ($H_2C_2O_4$) 0,1 N

Timbang dengan teliti 0,6300 gram asam oksalat ($H_2C_2O_4.2H_2O$) pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml kemudian larutkan dengan aquades sampai tanda batas. Tutup labu ukur kemudian kocok.

b) Pembuatan Larutan NaOH 0,1 N

Panaskan aquades sebanyak kurang lebih 1 liter di gelas kimia, jangan lupa menyimpan batu didih atau menyelipkan batang pengaduk untuk menghindari terjadinya " Bumping", biarkan mendidih sekitar 5-10 menit. Setelah itu dinginkan. Selanjutnya timbang kristal NaOH sebanyak 4,00 gram, larutkan kristal NaOH tersebut dengan air mendidih yang sudah didinginkan tadi, larutkan hingga tepat mencapai 1 liter. Tutup wadah larutan tersebut supaya tidak bereaksi dengan gas CO_2 dari udara.

2) Standarisasi Larutan NaOH dengan larutan Asam Oksalat

Pipet 25 ml larutan standar primer asam oksalat 0,1 N masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml. Tambahkan 3 tetes indikator Fenolftalein lalu titrasi dengan larutan NaOH dari buret sampai terbentuk warna merah muda yang tidak hilang setelah dikocok selama 15 detik. Lakukan titrasi duplo. Tentukan konsentrasi natrium hidroksida (NaOH) tersebut dengan tepat.

3) Penetapan Kadar sampel

Timbang dengan tepat sampel asam asetat (cuka) yang diberikan, kemudian encerkan ke dalam labu ukur 250 ml. Pipet 25 ml larutan ini ke dalam erlenmeyer kemudian tambahkan tiga tetes fenolftalein dan aquades.

Titrasi dengan larutan NaOH sampai larutan berubah menjadi merah muda. Lakukan duplo. Hitung kadar asam asetat dalam sampel. Ulangi titrasi dengan menggunakan metil jingga.

Data Pengamatan

Standarisasi larutan NaOH dengan larutan Asam Oksalat

No	Volume Asam Oksalat (mL)	Volume NaOH (mL)	Normalitas Asam Oksalat	Normalitas NaOH
1				
2				
Rata-rata				

Perhitungan :

Mol ekivalen NaOH = mol ekivalen $H_2C_2O_4$

Vtitrasi x N NaOH = V $H_2C_2O_4$ x N $H_2C_2O_4$

Titrasi sampel

No	Volume Sampel (mL)	Volume NaOH (mL)	Normalitas NaOH	Normalitas Sampel
Indikator Fenolftalein				
1				
2				
Rata-rata				
Indikator Metil jingga				
1				
2				
Rata-rata				

Perhitungan :

mol ekivalen CH_3COOH = Mol ekivalen NaOH

V CH_3COOH x N CH_3COOH = Vtitrasi x N NaOH

Massa CH_3COOH = mol CH_3COOH x Mr CH_3COOH

$$\text{Kadar } CH_3COOH = \frac{\text{massa } CH_3COOH}{\text{Massa sampel}} \times \text{fp} \times 100\%$$

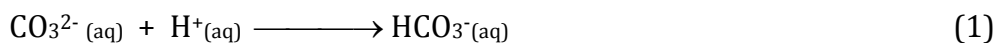
fp : faktor pengenceran

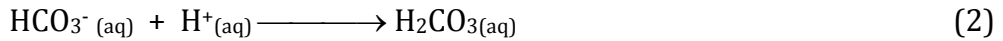
Diskusi

1. Tuliskan reaksi yang terjadi pada setiap titrasi yang dilakukan !
2. Tentukan kadar asam asetat dari titrasi dengan indikator fenolftalein.
3. Tentukan kadar asam asetat dari titrasi dengan indikator metil jingga.
4. Bandingkan hasil kedua analisis tersebut.
5. Jelaskan mengapa hasil titrasi dengan indikator fenolftalein berbeda dengan hasil titrasi dengan indikator metil merah.
6. Jelaskan manakah dari kedua hasil titrasi tersebut yang tepat.

b. Lakukan percobaan titrasi untuk menentukan kandungan karbonat dan hidrogen karbonat dalam campurannya dengan titrasi asam basa menggunakan larutan standar HCl.

Karbonat dan hidrogen karbonat dalam campurannya dapat ditentukan dengan titrasi asam basa menggunakan dua buah indikator. Pada percobaan ini digunakan indikator fenolftalein dan metil jingga. Karena karbonat lebih basa dari hidrogen karbonat maka pada titrasi, HCl akan bereaksi terlebih dahulu dengan karbonat menurut reaksi berikut:

$$CO_3^{2-}{}_{(aq)} + H^+{}_{(aq)} \longrightarrow HCO_3^-{}_{(aq)} \quad (1)$$

Setelah seluruh karbonat yang ada dalam sampel berubah menjadi hidrogen karbonat, penambahan HCl lebih lanjut akan menyebabkan terjadinya reaksi antara hidrogen karbonat dengan HCl menurut reaksi berikut :

$$HCO_3^-{}_{(aq)} + H^+{}_{(aq)} \longrightarrow H_2CO_{3(aq)} \quad (2)$$

Hidrogen karbonat yang bereaksi dengan HCl adalah HCO_3^- hasil reaksi (1) dan HCO_3^- yang sudah ada dalam sampel, jika digunakan fenolftalein sebagai indikator maka reaksi titrasi adalah reaksi (1). Volume HCl untuk titrasi ini adalah volume titrasi menggunakan indikator fenolftalein (V_{ff}) dapat digunakan untuk menghitung kadar karbonat yang terdapat di dalam sampel. Jika digunakan metil jingga pada titrasi, volume HCl untuk titrasi ini adalah volume titrasi menggunakan indikator metil jingga (V_{mj}) digunakan untuk bereaksi dengan :

1) Karbonat yang ada dalam sampel menurut reaksi (1)
2) Hidrogen karbonat hasil reaksi (1)
3) Hidrogen karbonat yang ada dalam sampel

Volume HCl yang digunakan untuk bereaksi dengan hidrogen karbonat yang ada dalam sampel adalah (V_{mj} - $2V_{ff}$)

Alat:

1) Neraca analitik
2) Labu ukur 100 ml
3) Corong gelas
4) Pipet volume 25 ml
5) Ball filler pipet
6) Gelas kimia 500 ml
7) Buret 50 ml
8) Erlenmeyer 250 ml
9) Pipet ukur 10 ml
10) Pipet tetes
11) Botol semprot

Bahan:

1) Larutan HCl 0,1 M
2) Na_2CO_3
3) Indikator fenolftalein
4) Indikator metil jingga
5) Sampel karbonat/bikarbonat
6) Aquades

Langkah Kerja

1) Pembakuan Larutan HCl
   a) Tempatkan larutan HCl 0,1 M ke dalam buret
   b) Timbang dengan tepat padatan Na_2CO_3 (± 1,3 gram), kemudian larutkan dalam labu ukur 250 mL
   c) Pipet 25 mL larutan Na_2CO_3 tersebut ke dalam erlenmeyer, kemudian tambahkan tiga tetes indikator metil jingga dan sekitar 25 ml aquades.
   d) Tentukan konsentrasi HCl dengan tepat.

2) Penentuan kadar karbonat dan hidrogen karbonat dalam sampel
   a) Timbang dengan tepat sampel campuran karbonat dan hidrogen karbonat yang diberikan kemudian encerkan ke dalam labu ukur 250 mL
   b) Pipet 25 mL larutan tersebut ke dalam erlenmeyer, kemudian tambahkan tiga tetes indikator fenolftalein dan sedikit aquades, kemudian titrasi dengan HCl sampai larutan menjadi bening (V_{ff}). Lakukan duplo.
   c) Pipet 25 ml larutan sampel ke dalam erlenmeyer, kemudian tambahkan tiga tetes indikator metil jingga dan sedikit aquades, kemudian titrasi dengan larutan HCl hingga larutan berwarna merah jingga (V_{mj}). Lakukan duplo.
   d) Tentukan kadar karbonat dan hidrogen karbonat yang ada dalam sampel.

5. Tes Formatif

a. Tuliskan reaksi netralisasi pada titrasi asam-basa!
b. Jelaskan perbedaan asidimetri dan alkalimetri!
c. Apa yang dimaksud dengan visual indikator (indikator tampak)

d. Pada suatu kurva titrasi asam-basa menunjukkan bahwa titik ekivalen berada pada rentang pH 4,2 – 6,2. Untuk titrasi tersebut, indikator apa yang cocok digunakan agar titik akhir titrasi terlihat dengan jelas?
e. Tuliskan 2 contoh larutan standar primer untuk titrasi asam dan basa!
f. Jelaskan yang dimaksud dengan larutan kerja (*working solution*) dalam titrasi penetralan dan tuliskan contoh larutan yang sering digunakan sebagai larutan kerja!
g. Tuliskan larutan standar primer yang dapat digunakan untuk menstandarisasi larutan NaOH !
h. Tuliskan 4 contoh indikator yang dapat digunakan untuk titrasi penetralan!
i. Tuliskan larutan standar primer yang dapat digunakan untuk menstandarisasi larutan
j. Indikator apa yang cocok digunakan untuk menentukan kadar asam asetat dalam cuka yang dititrasi oleh larutan NaOH ?
k. Sebutkan contoh penerapan titrasi asam basa dalam bidang pangan atau farmasi !

C. Penilaian

1. Sikap

KRITERIA	SKOR	INDIKATOR
Sangat Baik (SB)	4	Selalu santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman, teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.
Baik (B)	3	Sering santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman, teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.
Cukup (C)	2	Kadang-kadang santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman, teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.

KRITERIA	SKOR	INDIKATOR
Kurang (K)	1	Tidak pernah santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman,kurang teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.

2. Pengetahuan

Jawablah pertanya-pertanyaan berikut dengan singkat dan tepat

a. Jelaskan perbedaan asidimetri dan alkalimetri!

b. Pada suatu kurva titrasi asam-basa menunjukkan bahwa titik ekivalen berada pada rentang pH 4,2 – 6,2. Untuk titrasi tersebut, indikator apa yang cocok digunakan agar titik akhir titrasi terlihat dengan jelas?

c. Tuliskan 2 contoh larutan standar primer untuk titrasi asam dan basa!

d. Tuliskan 4 contoh indikator yang dapat digunakan untuk titrasi penetralan!

e. Indikator apa yang cocok digunakan untuk menentukan kadar asam asetat dalam cuka yang dititrasi oleh larutan NaOH ?

f. Sebutkan contoh penerapan titrasi asam basa dalam bidang pangan atau farmasi !

3. Ketrampilan

No	Aspek yang dinilai	Penilaian			
		1	2	3	4
1	Pembuatan larutan standar				
2	Standarisasi larutan standar				
3	Pengukuran kadar sampel				
4.	Pengamatan				
5.	Data yang diperoleh				
6.	Kesimpulan				

Rubrik

Aspek yang dinilai	Penilaian			
	1	2	3	4
Pembuatan larutan standar	Penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Salah satu dari penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi, tetapi tidak memperhatikan keselamatan kerja.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi dan memperhatikan keselamatan kerja.
Standarisasi larutan standar	Penggunaan alat dan bahan tidak tepat .	Salah satu dari penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi, tetapi tidak memperhatikan keselamatan kerja.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi dan memperhatikan keselamatan kerja.
Pengukuran kadar sampel	Penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Salah satu dari penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi, tetapi tidak memperhatikan keselamatan kerja.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi dan memperhatikan keselamatan kerja.
Pengamatan	Pengamatan tidak cermat.	Pengamatan cermat, tetapi mengandung interpretasi.	Pengamatan cermat dan bebas interpretasi.	Pengamatan cermat dan bebas interpretasi.
Data yang diperoleh	Data tidak lengkap.	Data lengkap, tetapi tidak terorganisir, atau ada yang salah tulis.	Data lengkap, terorganisir, dan ditulis dengan benar.	Data lengkap, terorganisir, dan ditulis dengan benar.
Kesimpulan	Tidak benar atau tidak sesuai tujuan.	Sebagian kesimpulan ada yang salah atau tidak sesuai tujuan.	Semua benar atau sesuai tujuan.	Semua benar atau sesuai tujuan.

Kegiatan Pembelajaran 2. Teknik Kerja Titrasi Pengendapan

A. Deskripsi

Air merupakan kebutuhan hidup yang sangat penting baik bagi manusia, tumbuhan maupun hewan. Manusia mungkin dapat bertahan hidup tanpa makan selama lebih dari satu bulan tetapi tanpa air, manusia tidak akan bisa bertahan hidup kurang dari satu minggu. Hal ini membuktikan betapa pentingnya air bagi kehidupan. Seiring dengan perkembangan penduduk dunia dan pertumbuhan industri yang pesat menyebabkan tercemarnya persediaan air di lingkungan. Untuk mengetahui zat-zat pencemar yang terdapat dalam air dapat dilakukan analisa menggunakan metode titrasi pengendapan, salah satu contohnya adalah penentuan kadar klorida dalam air.

Titrasi Pengendapan adalah titrasi yang berdasarkan pembentukan endapan atau kekeruhan. Perak nitrat ($AgNO_3$) adalah bahan kimia yang paling banyak digunakan sebagai senyawa pengendap yang digunakan dalam titrasi ini sehingga titrasi pengendapan dikenal juga sebagai titrasi *argentometri*. Senyawa lainnya yang dapat digunakan sebagai senyawa pengendap dalam titrasi adalah merkuri (II), Hg_2^{2+} sehingga titrasi yang menggunakan senyawa tersebut dikenal sebagai metode titrasi *merkurometri*.

Seperti halnya titrasi penetralan (asam-basa), dalam metode titrasi pengendapan juga perlu dipahami prinsip dasar titrasi pengendapan, cara menentukan titik akhir titrasi, larutan-larutan standar primer atau sekunder yang dapat digunakan dalam titrasi, jenis-jenis indikator yang cocok digunakan serta kondisi pH yang disyaratkan dalam titrasi pengendapan tersebut.

B. Kegiatan Belajar

1. Tujuan Pembelajaran

Setelah mempelajari bahan ajar ini siswa diharapkan mampu menerapkan teknik kerja titrasi berdasarkan reaksi pengendapan.

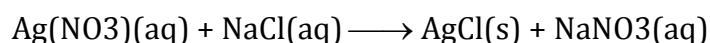
2. Uraian Materi

Argentometri merupakan metode umum untuk menetapkan kadar halogenida dan senyawa-senyawa lain yang membentuk endapan dengan perak nitrat (AgNO3) pada suasana tertentu. Metode argentometri disebut juga dengan metode pengendapan karena pada argentometri memerlukan (terjadi proses) pembentukan senyawa yang relatif tidak larut atau endapan.

Argentometri merupakan salah satu metode analisis kuantitatif yang bertujuan untuk mengetahui konsentrasi analit dengan menggunakan larutan baku sekunder yang mengandung unsur perak.

Larutan baku sekunder yang digunakan adalah $AgNO_3$, karena $AgNO_3$ merupakan satu-satunya senyawa perak yang bisa terlarut dalam air. Produk yang dihasilkan dari titrasi ini adalah endapan yang berwarna.

Dasar titrasi argentometri adalah pembentukkan endapan yang tidak mudah larut antara titran dengan analit. Sebagai contoh yang banyak dipakai adalah titrasi penentuan NaCl dimana ionAg^+ dari titran akan bereaksi dengan ion Cl^- dari analit membentuk garam yang tidak mudah larut AgCl yang berwarna putih.

$$Ag(NO3)(aq) + NaCl(aq) \longrightarrow AgCl(s) + NaNO3(aq)$$

Reaksi yang menghasilkan endapan dapat digunakan untuk analisis secara titrasi jika reaksinya berlangsung cepat, dan kuantitatif serta titik akhir dapat dideteksi.

Beberapa reaksi pengendapan berlangsung lambat dan mengalami keadaan lewat jenuh. Tidak seperti gravimetri, titrasi pengendapan tidak dapat menunggu sampai pengendapan berlangsung sempurna. Hal yang penting juga adalah hasil kali kelarutan harus cukup kecil sehingga pengendapan bersifat kuantitatif dalam batas kesalahan eksperimen. Reaksi samping tidak boleh terjadi demikian juga kopresipitasi (zat lain yang ikut mengendap selain zat yang diinginkan). Keterbatasan pemakaian cara ini disebabkan sedikit sekali indikator yang sesuai. Semua jenis reaksi diklasifikasi berdasarkan tipe indikator yang digunakan untuk melihat titik akhir.

a. Metode titrasi pengendapan

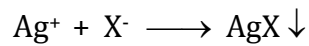
Berdasarkan jenis larutan penitrasi (titran) yang digunakan, titrasi pengendapan dapat dibedakan menjadi dua jenis yaitu ;

1) Argentometri: Titrasi pengendapan yang menggunakan ion Ag^{2+} (perak) sebagai pentiter
2) Merkurometri: Titrasi pengendapan yang menggunakan ion Hg_2^{2+} sebagai pentiter.

Berdasarkan jenis indikator dan teknik titrasi yang dipakai, maka titrasi Argentometri dapat dibedakan atas beberapa metode, yaitu :

1) Metode Guy Lussac (cara kekeruhan)
2) Metode Mohr (pembentukan endapan berwarna pada titik akhir)
3) Metode Fajans (adsorpsi indikator pada endapan)
4) Metode Volhard (terbentuknya kompleks berwarna yang larut pada titik akhir).

Di antara metode yang ada, argentometri adalah cara yang paling banyak digunakan. Titrasi argentometri berdasarkan pada reaksi pengendapan zat yang akan dianalisa (misalnya Cl^- atau CNS^-) dengan larutan standar $AgNO_3$ sebagai penitrasi, menurut persamaan reaksi :

$$Ag^+ + X^- \longrightarrow AgX\downarrow$$

b. Titik akhir titrasi pengendapan

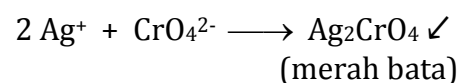
Penentuan titik akhir titrasi dapat dilakukan dengan cara-cara sebagai berikut:

1) Cara Guy Lussac

Pada cara ini tidak digunakan indikator untuk penentuan titik akhir karena sifat dari endapan AgX yang membentuk larutan koloid bila ada ion sejenis yang berlebih. AgX tidak mengendap melainkan berupa kekeruhan yang homogen. Menjelang titik ekuivalen (1 % sebelum setara) akan terjadi koagulasi dari larutan koloid tersebut, karena muatan ion pelindungnya tidak kuat lagi untuk menahan penggumpalan. Dalam keadaan ini didapat endapan AgX yang berupa endapan kurdi (gumpalan) dengan larutan induk yang jernih. Titik akhir titrasi dicapai bila setetes pentiter yang ditambahkan tidak lagi memberikan kekeruhan.

2) Cara Mohr

Cara Mohr digunakan untuk penetapan kadar klorida dan bromida (Cl- dan Br-). Sebagai indikator digunakan larutan kalium kromat, dimana pada titik akhir titrasi terjadi reaksi :

$$2\,Ag^+ + CrO_4^{2-} \longrightarrow \underset{\text{(merah bata)}}{Ag_2CrO_4}\swarrow$$

Suasana larutan harus netral, yaitu sekitar 6,5 – 10. Bila pH >10 akan terbentuk endapan AgOH yang akan terurai menjadi Ag_2O, sedangkan apabila pH<6,5 (asam), ion kromat akan bereaksi dengan H+ menjadi $Cr_2O_7^{2-}$ dengan persamaan reaksi :

$$2\ CrO_4^{2-} + 2H^+ \longrightarrow 2\ HCrO_4^- \longrightarrow Cr_2O_7^{2-} + H_2O$$

Penurunan konsentrasi CrO_4^{2-} menyebabkan diperlukannya penambahan $AgNO_3$ yang lebih banyak untuk membentuk endapan Ag_2CrO_4, sehingga kesalahan titrasi makin besar. Ion perak tidak dapat dititrasi langsung dengan klorida dengan memakai indikator CrO_4^{2-} karena Ag_2CrO_4 pada dekat titik ekuivalen sangat sukar berdisosiasi (sangat lambat), maka sebaiknya dilakukan dengan cara penambahan klorida berlebih dan kelebihan klorida dititrasi dengan $AgNO_3$ dengan menggunakan indikator kromat. Selama titrasi Mohr, larutan harus diaduk dengan baik. Bila tidak, maka secara lokal akan terjadi kelebihan titrant yang menyebabkan indikator mengendap sebelum titik ekivalen tercapai, dan dioklusi oleh endapan AgCl yang terbentuk kemudian; akibatnya titik akhir menjadi tidak tajam.

Sumber: http//blogspot.com

Gambar 7. Perubahan warna pada titik akhir titrasi cara mohr

Gangguan pada titrasi ini antara lain disebabkan oleh:

a) Ion yang akan mengendap lebih dulu dari AgCl, misalnya: F, Br, CNS^-.

b) Ion yang membentuk kompleks dengan Ag^{+}, misalnya: CN^{-}, NH_3 diatas pH 7.

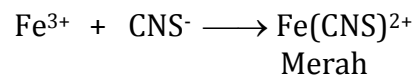
c) Ion yang membentuk kompleks dengan Cl^{-}, misalnya: Hg^{2+}.

d) Kation yang mengendapkan kromat, misalnya: Ba^{2+}.

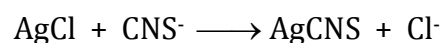
Hal yang harus dihindari: cahaya matahari langsung atau sinar neon karena larutan perak nitrat peka terhadap cahaya (reduksi fotokimia).

3) Cara Volhard

Pada cara ini larutan garam perak dititrasi dengan larutan garam tiosianat di dalam suasana asam, sebagai indikator digunakan larutan gram feri (Fe^{3+}), sehingga membentuk senyawa kompleks feritiosianat yang berwarna merah.

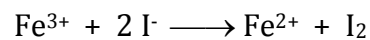
$$Fe^{3+} + CNS^{-} \longrightarrow \underset{\text{Merah}}{Fe(CNS)^{2+}}$$

Cara ini dapat dipakai untuk penentuan kadar klorida, bromida, iodida dan tiosianat, pada larutan tersebut ditambahkan larutan $AgNO_3$ berlebih, kemudian kelebihan $AgNO_3$ dititrasi kembali dengan larutan tiosianat. Suasana asam diperlukan untuk mencegah terjadinya hidrolisa ion Fe^{3+}.

Pada penentuan Cl^{-} secara tidak langsung terdapat kesalahan yang cukup besar, karena AgCl lebih mudah larut dari pada AgCNS (Ksp AgCl = $1{,}2 \times 10^{-10}$; Ksp AgCNS = $1{,}2 \times 10^{-12}$) jadi AgCl yang terbentuk cenderung larut kembali menurut persamaan reaksi :

$$AgCl + CNS^{-} \longrightarrow AgCNS + Cl^{-}$$

Karena Ksp AgCl > Ksp AgCNS, reaksi di atas cenderung bergeser ke kanan, jadi CNS^- tidak hanya dipakai untuk kelebihan Ag^+, tetapi juga oleh endapan AgCl sendiri. Reaksi ini dapat dicegah dengan cara :

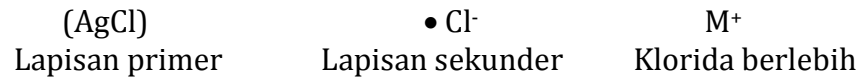
a) Menyaring endapan AgCl yang terbentuk, filtrat dengan air pencuci dititrasi dengan Larutan Standar CNS^-.
b) Endapan AgCl dikoagulasi, sehingga suhu jadi kurang reaktif, dengan cara mendidihkan kemudian campuran didinginkan dan dititrasi.
c) Dengan penambahan nitrobenzen atau eter sebelum dilakukan titrasi kembali dengan Larutan Standar CNS.

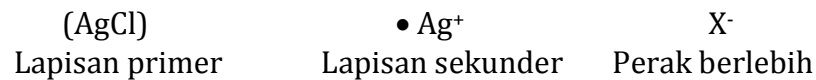
Pada penentuan bromida dan iodida cara tidak langsung tidak menyebabkan gangguan karena Ksp AgBr hampir sama dengan Ksp AgCNS, sedangkan Ksp AgI lebih besar daripada Ksp AgCNS, tetapi penambahan indikator Fe^{3+} harus dilakukan setelah penambahan $AgNO_3$ berlebih, untuk menghindari reaksi:

$$Fe^{3+} + 2\,I^- \longrightarrow Fe^{2+} + I_2$$

4) Cara Fajans

Pada cara ini, untuk mengetahui titik akhir titrasi digunakan indikator adsorpsi, yaitu apabila suatu senyawa organik berwarna diserap pada permukaan suatu endapan, perubahan struktur organik mungkin terjadi, dan warnanya sebagian besar kemungkinan telah berubah atau lebih jelas. Mekanismenya sebagai berikut: jika perak nitrat ditambahkan kepada suatu larutan natrium klorida, maka partikel perak klorida yang terbagi halus cenderung menahan pada permukaannya (menyerap) beberapa ion klorida berlebih yang ada di dalam larutan. Ion klorida membentuk lapisan primer sehingga partikel koloidal perak klorida bermuatan negatif. Partikel-partikel negatif ini kemudian

berkecenderungan menarik ion-ion positif dari larutan untuk membentuk suatu lapisan adsorpsi sekunder yang melekat kurang erat.:

(AgCl)	$\bullet$ Cl^-	M^+
Lapisan primer	Lapisan sekunder	Klorida berlebih

Jika penambahan perak nitrat berlangsung terus menerus sampai ion-ion perak menjadi berlebih, maka ion-ion ini akan mengusir ion-ion klorida di dalam lapisan primer. Partikelnya kemudian menjadi bermuatan positif dan anion di dalam larutan ditarik untuk membentuk lapisan sekunder.

(AgCl)	$\bullet$ Ag^+	X^-
Lapisan primer	Lapisan sekunder	Perak berlebih

Senyawa organik yang sering digunakan sebagai indikator adsorpsi adalah fluoresein (HFl), anion Fl- tidak diserap oleh perak klorida koloidal selama ion klorida ada berlebih, akan tetapi apabila ion perak dalam keadaan berlebih, ion Fl^- dapat ditarik kepermukaan partikel bermuatan positif seperti :

(AgCl) $\bullet$ Ag^+ Fl^-

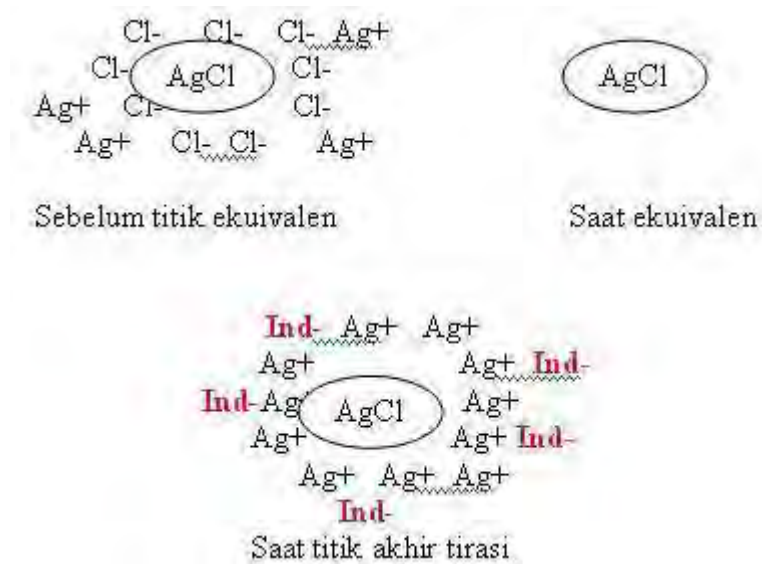
Endapan yang dihasilkan berwarna merah muda dan warna ini cukup kuat untuk dijadikan sebagai indikator visual.

Karena penyerapan terjadi pada permukaan, dalam titrasi ini diusahakan agar permukaan endapan itu seluas mungkin supaya perubahan warna yang tampak sejelas mungkin, maka endapan harus berukuran koloid. Penyerapan terjadi apabila endapan yang koloid itu bermuatan positif, dengan perkataan lain setelah sedikit kelebihan titrant (ion Ag^+).

Pada tahap-tahap pertama dalam titrasi, endapan terdapat dalam lingkungan dimana masih ada kelebihan ion X^- dibanding dengan Ag^+; maka endapan menyerap ion-ion X^- sehingga butiran-butiran koloid menjadi bermuatan negatif. Karena muatan Fl^- juga negatif, maka Fl^- tidak dapat ditarik atau diserap oleh butiran-butiran koloid tersebut. Makin lanjut titrasi dilakukan, makin kurang kelebihan ion X^-; menjelang titik ekivalen, ion X^- yang terserap endapan akan lepas kembali karena bereaksi dengan titrant yang ditambah saat itu, sehingga muatan koloid makin berkurang negatif. Pada titik ekivalen tidak ada kelebihan X^- maupun Ag^+; jadi koloid menjadi netral. Setetes titrant kemudian menyebabkan kelebihan Ag^+. Ion-ion Ag^+ ini diserap oleh koloid yang menjadi positif dan selanjutnya dapat menarik ion Fl^- dan menyebabkan warna endapan berubah mendadak menjadi merah muda. Pada waktu bersamaan sering juga terjadi penggumpalan koloid, maka larutan yang tadinya berwarna keruh juga menjadi jernih atau lebih jernih. Fluoresein sendiri dalam larutan berwarna hijau kuning, sehingga titik akhir dalam titrasi ini diketahui berdasar ketiga macam perubahan diatas, yakni

a) Endapan yang semula putih menjadi merah muda dan endapan kelihatan menggumpal.
b) Larutan yang semula keruh menjadi lebih jernih.
c) Larutan yang semula kuning hijau hampir-hampir tidak berwarna lagi.

Suatu kesulitan dalam menggunakan indikator adsorpsi ialah, bahwa banyak diantara zat warna tersebut membuat endapan perak menjadi peka terhadap cahaya (fotosensifitasi) dan menyebabkan endapan terurai.

Titrasi menggunakan indikator adsorpsi biasanya cepat, akurat dan terpercaya. Sebaliknya penerapannya agak terbatas karena memerlukan endapan berbentuk koloid yang juga harus dengan cepat.
(Harjadi,W,1990)

Faktor-Faktor Yang Dapat Mempengaruhi Pengendapan

1) Temperatur

Kelarutan semakin meningkat dengan naiknya suhu, jadi dengan meningkatnya suhu maka pembentukan endapan akan berkurang disebabkan banyak endapan yang berada pada larutannya.

http//muthiaura.file.wordpress.com

Gambar 8. Alat pengukur temperatur

2) Sifat alami pelarut

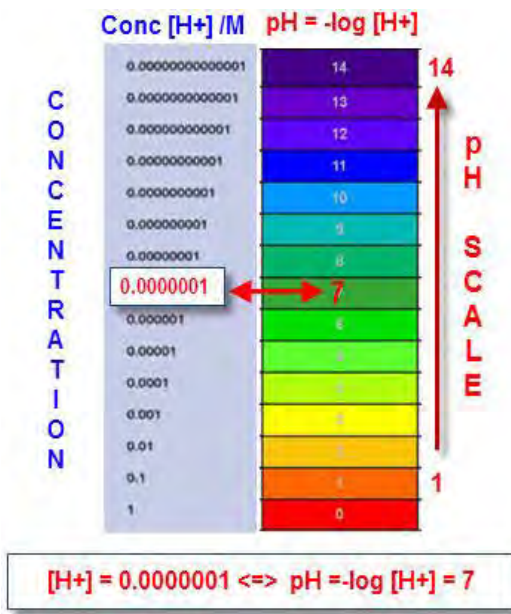
Garam anorganik mudah larut dalam air dibandingkan dengan pelarut organik seperti alkohol atau asam asetat. Perbedaan kelarutan suatu zat dalam pelarut organik dapat dipergunakan untuk memisahkan campuran antara dua zat. Setiap pelarut memiliki kapasitas yang berbeda dalam melarutkan suatu zat, begitu juga dengan zat yang berbeda memiliki kelarutan yang berbeda pada pelarut tertentu.

3) Pengaruh ion sejenis

Kelarutan endapan akan berkurang jika dilarutkan dalam larutan yang mengandung ion sejenis dibandingkan dalam air saja. Sebagai contoh kelarutan $Fe(OH)_3$ akan menjadi kecil jika kita larutkan dalam larutan NH_4OH dibanding dengan kita melarutkannya dalam air, hal ini disebabkan dalam larutan NH_4OH sudah terdapat ion sejenis yaitu OH^- sehingga akan mengurangi konsentrasi $Fe(OH)_3$ yang akan terlarut. Efek ini biasanya dipakai untuk mencuci endapan dalam metode gravimetri.

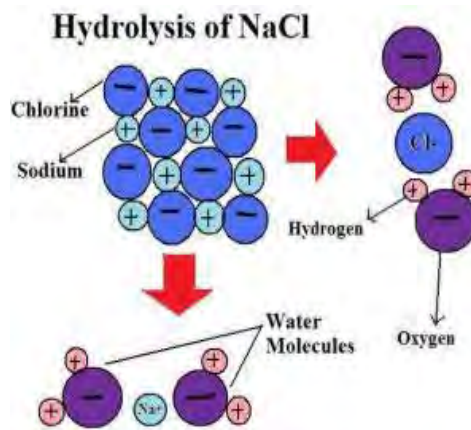
4) Pengaruh pH

Kelarutan endapan garam yang mengandung anion dari asam lemah dipengaruhi oleh pH, hal ini disebabkan karena penggabungan proton dengan anion endapannya. Misalnya endapan AgI akan semakin larut dengan adanya kenaikan pH disebabkan H^+ akan bergabung dengan I^- membentuk HI.

http//muthiaura.file.wordpress.com

Gambar 9. Skala pH

5) Pengaruh hidrolisis

Jika garam dari asam lemah dilarutkan dalam air maka akan dihasilkan perubahan konsentrasi H+ dimana hal ini akan menyebabkan kation garam tersebut mengalami hidrolisis sehingga akan meningkatkan kelarutan garam tersebut.

http//muthiaura.file.wordpress.com

Gambar 10. Proses Hidrolisis NaCl

6). Pengaruh ion kompleks

Kelarutan garam yang tidak mudah larut akan semakin meningkat dengan adanya pembentukan kompleks antara ligan dengan kation garam tersebut. Sebagai contoh AgCl akan naik kelarutannya jika ditambahkan larutan NH_3, hal ini disebabkan karena terbentuknya kompleks $Ag(NH_3)_2Cl$.

Persyaratan Buret yang digunakan dalam Titrasi

Sedapat mungkin buret yang digunakan pada titrasi ini adalah buret yang berwarna gelap, sehingga dapat meminimalisir masuknya cahaya kedalam buret. Hal ini bertujuan agar perak tidak teroksidasi. Perak yang telah teroksidasi ditunjukkan dengan timbulnya garis-garis berwarna hitam pada dinding buret. Sebenarnya buret yang tidak berwarna pun dapat digunakan untuk titrasi ini, hanya saja kemungkinan perak untuk teroksidasi ini relatif tinggi. Melapisi dinding buret dengan alumunium foil adalah cara yang dapat digunakan, tetapi akan dijumpai kendala dalam pembacaan skala pada buret, alternatif yang lain adalah melakukan titrasi didalam ruangan yang gelap.

3. Refleksi

Petunjuk

a. Tuliskan nama dan KD yang telah anda selesaikan pada lembar tersendiri
b. Tuliskan jawaban pada pertanyaan pada lembar refleksi!
c. Kumpulkan hasil refleksi pada guru anda

LEMBAR REFLEKSI

a. Bagaimana kesan anda setelah mengikuti pembelajaran ini?

………………………………………………………………………………………………………

………………………………………………………………………………………………………

………………………………………………………………………………………………………

b. Apakah anda telah menguasai seluruh materi pembelajaran ini? Jika ada materi yang belum dikuasai tulis materi apa saja!

………………………………………………………………………………………………………

………………………………………………………………………………………………………

………………………………………………………………………………………………………

c. Manfaat apa yang anda peroleh setelah menyelesaikan pelajaran ini?

………………………………………………………………………………………………………

………………………………………………………………………………………………………

………………………………………………………………………………………………………

d. Apa yang akan anda lakukan setelah menyelesaikan pelajaran ini?

………………………………………………………………………………………………………

………………………………………………………………………………………………………

………………………………………………………………………………………………………

e. Tuliskan secara ringkas apa yang telah anda pelajari pada kegiatan pembelajaran ini!

………………………………………………………………………………………………………

………………………………………………………………………………………………………

………………………………………………………………………………………………………

4. Tugas

a. Tentukan konsentrasi ion klorida (Cl) yang terdapat dalam sampel air dengan cara titrasi Pengendapan Metode Mohr

Alat:

1) Neraca analitik
2) Labu ukur 100 ml
3) Corong gelas
4) Pipet volum 25 ml
5) Ball filler pipet
6) Gelas piala
7) Buret
8) Oven
9) Erlenmeyer

Bahan:

1) Aquades
2) Larutan NaCl 0,03 N
3) Larutan $AgNO_3$ 0,03 N
4) Indikator Kalium Kromat

Langkah kerja:

1) Pembuatan Larutan Natrium Klorida (NaCl) 0,01 N

   Lebih kurang 3 gram NaCl dikeringkan dahulu di dalam oven pada temperatur 500 – 600°C (±1 jam), kemudian disimpan di dalam desikator. Setelah dingin baru ditimbang dengan teliti 0,585 gram dan dilarutkan dalam air suling sampai tepat tanda batas pada labu ukur 1 liter.

2) Pembuatan Larutan Perak Nitrat ($AgNO_3$) 0,01 N

   Lebih kurang 10,2 gram $AgNO_3$ dilarutkan dalam aquades sampai volume 2 liter.

3) Pembuatan Indikator Kalium Kromat

   Larutan 5% (b/v) kalium kromat dalam aquades.

4) Standarisasi $AgNO_3$ menurut cara Mohr

   Pipet 25 ml larutan standar NaCl 0,01 N,masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml, tambahkan 1 ml indikator K_2CrO_4 kemudian dititrasi dengan larutan $AgNO_3$ (dikocok kuat-kuat, terutama menjelang titik akhir titrasi), sampai terbentuk endapan merah bata.

5) Penentuan kadar sampel klorida cara Mohr

Pipet 25 ml sampel kemudian dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 25 ml, tambahkan 1 ml indikator K_2CrO_4 kemudian dititrasi dengan larutan $AgNO_3$ (dikocok kuat-kuat, terutama menjelang titik akhir titrasi), sampai terbentuk endapan merah bata.

6) Penentuan klorida secara Volhard

a) Pipet 25 mL sampel masukkan ke dalam erlenmeyer kemudian tambahkan 5 mL HNO_3 6N
b) Dari buret tambahkan larutan $AgNO_3$ sampai berlebih (kelebihan ± 15 – 20 mL), catat volume $AgNO_3$
c) Endapan yang terbentuk disaring, kemudian dicuci dengan HNO_3 encer sampai air cucian tidak lagi mengandung ion perak, filtrat dan air cucian ditampung menjadi satu.
d) Tambahkan 1 mL indikator fenolftalein ke dalam filtrat dan air cucian dan dititrasi dengan larutan standar tiosianat sampai larutan berwarna coklat.

7). Penentuan klorida secara Fajans

a) Pipet 25 mL sampel masukkan ke dalam erlenmeyer kemudian tambahkan 5 – 10 tetes indikator adsorpsi
b) Titrasi dengan larutan perak nitrat
c) Endapan perak klorida menggumpal kira-kira 1% sebelum titik ekivalen, tambahkan perak nitrat setetes demi setetes sambil dikocok kuat-kuat sampai endapan berwarna kemerah-merahan, titrasi sebaiknya dilakukan di tempat yang tidak terlalu terang.

Data Pengamatan

Standarisasi larutan $AgNO_3$ dengan larutan NaCl

No	Volume $AgNO_3$ mL	Volume NaCl mL	Normalitas NaCl	Normalitas $AgNO_3$
1				
2				
Rata-rata				

Perhitungan :

Mol ekivalen $AgNO_3$ = mol ekivalen NaCl

Vtitrasi x N $AgNO_3$ = V NaCl x N NaCl

Titrasi sampel

No	Volume Sampel (mL)	Volume $AgNO_3$ (mL)	Normalitas $AgNO_3$	Normalitas Sampel
1				
2				
Rata-rata				

Perhitungan :

mol ekivalen Cl^- = Mol ekivalen $AgNO_3$

V Cl^- x N Cl^- = Vtitrasi x N $AgNO_3$

Diskusi

1) Tentukan konsentrasi klorida dalam sampel !
2) Jelaskan mengapa pada saat menjelang titik akhir titrasi harus dilakukan pengocokan kuat-kuat !

5. Tes Formatif

a. Tuliskan 4 metode dalam titrasi argentometri!
b. Tuliskan 2 jenis metode titrasi pengendapan berdasarkan jenis titran (pentiternya)!
c. Sebutkan suasana larutan yang disyaratkan dalam titrasi pengendapan cara mohr dan jelaskan akibatnya apabila suasana larutan terlalu asam atau basa !
d. Tuliskan contoh aplikasi titrasi berdasarkan reaksi pengendapan!
e. Tuliskan ion atau senyawa yang dapat ditentukan kadarnya menggunakan titrasi argentometri cara Mohr !

C. Penilaian

1. Sikap

KRITERIA	SKOR	INDIKATOR
Sangat Baik (SB)	4	Selalu santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman, teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.
Baik (B)	3	Sering santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman, teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.
Cukup (C)	2	Kadang-kadang santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman, teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.
Kurang (K)	1	Tidak pernah santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman,kurang teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.

2. Pengetahuan

Jawablah pertanyaan-pertanyaan berikut dengan singkat dan tepat!

a. Tuliskan 2 jenis metode titrasi pengendapan berdasarkan jenis titran (pentiternya)!
b. Tuliskan 4 metode dalam titrasi argentometri!
c. Sebutkan suasana larutan yang disyaratkan dalam titrasi pengendapan cara mohr dan jelaskan akibatnya apabila suasana larutan terlalu asam atau basa !
d. Tuliskan contoh aplikasi titrasi berdasarkan reaksi pengendapan!
e. Tuliskan ion atau senyawa yang dapat ditentukan kadarnya menggunakan titrasi argentometri cara Mohr !

3. Ketrampilan

NO	Aspek yang dinilai	Penilaian			
		1	2	3	4
1	Pembuatan larutan dan indikator				
2	Standarisasi larutan $AgNO_3$				
3	Pengukuran kadar sampel				
4.	Pengamatan				
5.	Data yang diperoleh				
6.	Kesimpulan				

Rubrik

Aspek yang dinilai	Penilaian			
	1	2	3	4
Pembuatan larutan dan indikator	Penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Salah satu dari penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi, tetapi tidak memperhatikan keselamatan kerja.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi dan memperhatikan keselamatan kerja.

Aspek yang dinilai	Penilaian			
	1	**2**	**3**	**4**
Standarisasi larutan $AgNO_3$	Penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Salah satu dari penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi, tetapi tidak memperhatikan keselamatan kerja.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi dan memperhatikan keselamatan kerja.
Pengukuran kadar sampel	Penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Salah satu dari penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi, tetapi tidak memperhatikan keselamatan kerja.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi dan memperhatikan keselamatan kerja.
Pengamatan	Pengamatan tidak cermat.	Pengamatan cermat, tetapi mengandung interpretasi.	Pengamatan cermat dan bebas interpretasi.	Pengamatan cermat dan bebas interpretasi.
Data yang diperoleh	Data tidak lengkap.	Data lengkap, tetapi tidak terorganisir, atau ada yang salah tulis.	Data lengkap, terorganisir, dan ditulis dengan benar.	Data lengkap, terorganisir, dan ditulis dengan benar.
Kesimpulan	Tidak benar atau tidak sesuai tujuan.	Sebagian kesimpulan ada yang salah atau tidak sesuai tujuan.	Semua benar atau sesuai tujuan.	Semua benar atau sesuai tujuan.

Kegiatan Pembelajaran 3. Teknik Kerja Titrasi Pembentukan Senyawa Kompleks

A. Deskripsi

Analisa kuantitatif untuk zat-zat anorganik yang mengandung ion logam seperti aluminium, bismuth, kalsium, magnesium dan zink dengan cara gravimetri memakan waktu yang lama, karena prosedurnya meliputi pengendapan, penyaringan, pencucian dan pengeringan atau pemijaran sampai bobot tetap.

Sediaan-sediaan kalsium dapat juga ditetapkan dengan cara titrimetri menggunakan prosedur permanganometri yang memerlukan teknik pengendapan yang diikuti dengan titrasi kelebihan ion oksalat yang panas. Untuk menghindari kesulitan-kesulitan tersebut digunakan prosedur analisis penentuan ion-ion logam tersebut dengan titrasi menggunakan pereaksi etilen diamin tetra-asetat dinatrium, yang umumnya disebut EDTA dengan dasar pembentukan kompleks khelat yang digolongkan dalam golongan komplekson.

Kandungan utama dalam batu kapur adalah kalsium karbonat ($CaCO_3$), begitu pula pada kulit telur, penyusun utamanya adalah kalsium karbonat ($CaCO_3$). Untuk mengetahui konsentrasi kalsium karbonat dapat dilakukan analisa dengan menggunakan metode titrasi pembentukan kompleks. Ion kalsium seperti halnya banyak ion-ion logam lain dapat membentuk senyawa kompleks dengan EDTA (etilen diamin tetra asetat). EDTA adalah senyawa asam berbasa empat yang secara sederhana sering ditulis sebagai H_4Y. Di dalam larutan senyawa ini terdisosiasi menjadi beberapa spesi (H_4Y, H_3Y^-, H_2Y^{2-}, HY^{3-}, Y^{4-}) dengan komposisi yang bergantung pada nilai pH larutan. Pada titrasi pembentukan senyawa kompleks, ion-ion logam bereaksi dengan spesi Y^{4-} karena spesi ini ini paling basa dibanding dengan spesi lainnya.

Dalam mempelajari teknik kerja titrasi pembentukan senyawa kompleks juga perlu dipahami prinsip dasar titrasi pembentukan senyawa kompleks, cara menentukan titik akhir titrasi, larutan-larutan standar primer atau sekunder yang dapat digunakan dalam titrasi, jenis-jenis indikator yang cocok digunakan serta kondisi pH yang disyaratkan dalam titrasi pembentukan senyawa kompleks tersebut.

B. Kegiatan Belajar

1. Tujuan Pembelajaran

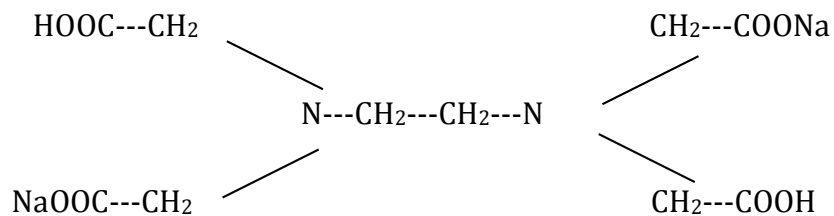
Setelah mempelajari bahan ajar ini siswa diharapkan mampu menerapkan teknik kerja titrasi penentuan sampel berdasarkan pembentukan senyawa kompleks.

2. Uraian Materi

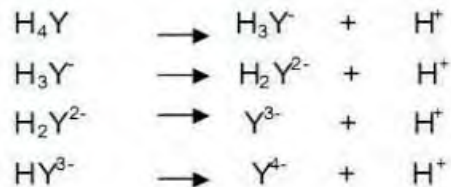
Titrasi kompleksometri ialah suatu titrasi berdasarkan reaksi pembentukan senyawa kompleks antara ion logam dengan zat pembentuk kompleks. (Day & Underwood, 1986). Menurut Khopkar (2002), titrasi kompleksometri yaitu titrasi berdasarkan pembentukan persenyawaan kompleks (ion kompleks atau garam yang sukar mengion). Kompleksometri merupakan jenis titrasi dimana titran (larutan pentitrasi) dan titrat (larutan yang dititrasi) saling mengkompleks, membentuk hasil berupa senyawa kompleks.

Salah satu tipe reaksi kimia yang berlaku sebagai dasar penentuan titrimetrik melibatkan pembentukan (formasi) kompleks atau ion kompleks yang larut namun sedikit terdisosiasi. Kompleks yang dimaksud di sini adalah kompleks yang dibentuk melalui reaksi ion logam, sebuah kation, dengan sebuah anion atau molekul netral (Basset, 1994). Titrasi kompleksometri juga dikenal sebagai reaksi yang meliputi reaksi pembentukan ion-ion kompleks ataupun

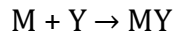
pembentukan molekul netral yang terdisosiasi dalam larutan. Persyaratan mendasar terbentuknya kompleks demikian adalah tingkat kelarutan tinggi.

Titrasi kompleksometri adalah titrasi berdasarkan pembentukan senyawa kompleks antara kation(ion logam) dengan zat pembentuk kompleks (ligan). Salah satu zat pembentuk kompleks yang banyak digunakan dalam titrasi kompleksometri adalah garam dinatrium etilendiamina tetraasetat (Na_2EDTA) yang mempunyai rumus bangun sebagai berikut :

EDTA, merupakan salah satu jenis asam amina polikarboksilat. EDTA sebenarnya adalah ligan seksidentat yang dapat berkoordinasi dengan suatu ion logam lewat kedua nitrogen dan keempat gugus karboksil-nya atau disebut ligan multidentat yang mengandung lebih dari dua atom koordinasi per molekul,misalnya asam 1,2-diamino etana tetra asetat (asametilenadiamina tetraasetat,EDTA) yang mempunyai dua atom nitrogen penyumbang dan empat atom oksigen penyumbang dalam molekul (Rival, 1995).

Bentuk asam dari EDTA dituliskan sebagai H_4Y dan reaksi ionisasinya adalah sebagai berikut :

$$H_4Y \rightarrow H_3Y^- + H^+$$
$$H_3Y^- \rightarrow H_2Y^{2-} + H^+$$
$$H_2Y^{2-} \rightarrow Y^{3-} + H^+$$
$$HY^{3-} \rightarrow Y^{4-} + H^+$$

Sebagai penitrasi/pengomplek logam, biasanya yang digunakan yaitu garam Na_2EDTA (Na_2H_2Y), karena EDTA dalam bentuk H_4Y dan NaH_3Y tidak larut dalam air.

EDTA dapat mengomplekkan hampir semua ion logam dengan perbandingan mol 1 : 1 berapapun bilangan oksidasi logam tersebut.

Kestabilan senyawa komplek dengan EDTA, berbeda antara satu logam dengan logam yang lain. Reaksi pembentukan komplek antara logam (M) dengan EDTA (Y) adalah :

$$M + Y \rightarrow MY$$

Konstanta pembentukan/kestabilan senyawa komplek dinyatakan sebagai berikut ini :

$$K_{MY} = \frac{[MY]}{[M]\,[Y]}$$

Besarnya harga konstante pembentukan komplek menyatakan tingkat kestabilan suatu senyawa komplek. Makin besar harga konstante pembentukan senyawa komplek, maka senyawa komplek tersebut makin stabil dan sebaliknya makin kecil harga konstante kestabilan senyawa komplek, maka senyawa komplek tersebut makin tidak (kurang) stabil.

Harga konstante kestabilan komplek logam dengan EDTA (KMY) (Fritz dan Schenk, 1979) diberikan dalam tabel berikut ini.

Tabel 2. Daftar Nilai Konstanta Kestabilan Kompleks logam dengan EDTA

Ion logam	log K_{MY}	Ion logam	log K_{MY}
Fe^{3+}	25,1	Co^{2+}	16,3
Th^{4+}	23,2	Al^{3+}	16,1
Cr^{3+}	23,0	Ce^{3+}	16,0
Bi^{3+}	22,8	La^{3+}	15,4
Cu^{2+}	18,8	Mn^{2+}	14,0
Ni^{2+}	18,6	Ca^{2+}	10,7
Pb^{2+}	18,0	Mg^{2+}	8,7
Cd^{2+}	16,5	Sr^{2+}	8,6
Zn^{2+}	16,5	Ba^{2+}	7,8

Karena selama titrasi terjadi reaksi pelepasan ion H^+ maka larutan yang akan dititrasi perlu ditambah larutan bufer.

Suatu EDTA dapat membentuk senyawa kompleks yang mantap dengan sejumlah besar ion logam sehingga EDTA merupakan ligan yang tidak selektif. Dalam larutan yang agak asam, dapat terjadi protonasi parsial EDTA tanpa pemecahan sempurna kompleks logam, yang menghasilkan spesies seperti Cu HY

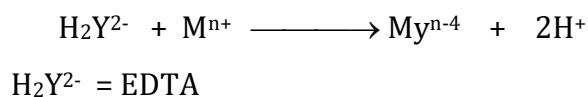
Ternyata bila terdapat beberapa ion logam yang ada dalam larutan tersebut maka titrasi dengan EDTA akan menunjukkan jumlah semua ion logam yang ada dalam larutan tersebut (Harjadi, 1993).Prinsip dan dasar reaksi penentuan ion-ion logam secara titrasi kompleksometri umumnya digunakan kompleksonIII (EDTA) sebagai zat pembentuk kompleks khelat, dimana EDTA bereaksi dengan ion logam yang polivalen seperti Al^{+3}, Bi^{+3}, Ca^{+2}, dan Cu^{+2} membentuk senyawa atau kompleks khelat yang stabil dan larut dalam air.

Faktor-faktor yang membuat EDTA dapat digunakan sebagai pereaksi titrimetrik antara lain:

a. Selalu membentuk kompleks ketika direaksikan dengan ion logam.
b. Kestabilannya dalam membentuk khelat sangat konstan sehingga reaksi berjalan sempurna (kecuali dengan logam alkali).
c. Dapat bereaksi cepat dengan banyak jenis ion logam (telah dikembangkan indikatornya secara khusus).
d. Mudah diperoleh bahan baku primernya dan dapat digunakan baik sebagai bahan yang dianalisis maupun sebagai bahan untuk standarisasi.
e. Selektivitas kompleks dapat diatur dengan pengendalian pH,misalnya Mg, Ca, Cr, dan Ba dapat dititrasi pada pH = 11 EDTA.

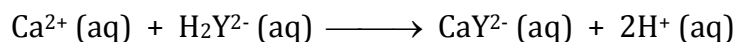
Reaksi pembentukan kompleks dengan ion logam adalah :

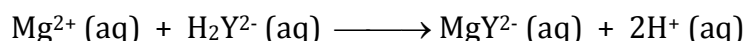
$$H_2Y^{2-} + M^{n+} \longrightarrow My^{n-4} + 2H^+$$

H_2Y^{2-} = EDTA

M adalah kation (logam) dan (H2Y)= adalah garam dinatrium edetat.

Kestabilan dari senyawa kompleks yang terbentuk tergantung dari sifat kation dan pH dari larutan, oleh karena itu titrasi dilakukan pada pH tertentu. Pada larutan yang terlalu alkalis perlu diperhitungkan kemungkinan mengendapnya logam hidroksida.

Banyak ion-ion logam dapat membentuk kompleks dengan EDTA (etilen diamin tetra asetat). EDTA adalah senyawa asam berbasa empat yang secara sederhana sering ditulis sebagai H_4Y. Di dalam larutan senyawa ini terdisosiasi menjadi beberapa spesi (H_4Y , H_3Y^- , H_2Y^{2-} , HY^{3-} , Y^{4-}) dengan komposisi yang bergantung pada nilai pH larutan. Pada titrasi pembentukan kompleks, ion-ion logam bereaksi dengan spesi Y^{4-} karena spesi ini paling basa dibanding dengan spesi lainnya. Untuk menunjukkan pentingnya peran ion H^+ pada reaksi titrasi maka reaksi titrasi ion kalsium dengan EDTA dapat ditulis :

$$Ca^{2+} (aq) + H_2Y^{2-} (aq) \longrightarrow CaY^{2-} (aq) + 2H^+ (aq)$$

Reaksi akan semakin sempurna bila larutan makin bersifat basa. EDTA membentuk kompleks 1 : 1 dengan ion-ion logam, oleh karena itu jumlah mol ion kalsium dalam sampel sama dengan jumlah mol EDTA yang digunakan untuk titrasi.

Larutan EDTA dibuat dari garamnya, misalnya Na_2EDTA yang mudah larut dibandingkan H4Y dan merupakan larutan standar sekunder sehingga harus distandarisasi dengan larutan standar primer misalnya larutan Zn^{2+} (dari logam Zn atau garam $ZnSO_4.7H_2O$) atau Mg^{2+} menurut reaksi :

$$Mg^{2+} (aq) + H_2Y^{2-} (aq) \longrightarrow MgY^{2-} (aq) + 2H^+ (aq)$$

Kestabilan dari senyawa kompleks yang terbentuk tergantung dari sifat kation dan pH dari larutan, oleh karena itu titrasi dilakukan pada pH tertentu. Pada larutan yang terlalu alkalis atau basa perlu diperhitungkan kemungkinan mengendapnya logam hidroksida.

Kesulitan yang timbul dari kompleks yang lebih rendah dapat dihindari dengan penggunaan bahan pengkhelat sebagai titran. Bahan pengkhelat yang mengandung baik oksigen maupun nitrogen secara umum efektif dalam membentuk kompleks-kompleks yang stabil dengan berbagai macam logam. Keunggulan EDTA adalah mudah larut dalam air, dapat diperoleh dalam keadaan murni, sehingga EDTA banyak dipakai dalam melakukan percobaan kompleksometri. Namun, karena adanya jumlah air yang tak tentu, sebaiknya EDTA distandarisasikan dahulu misalnya dengan menggunakan larutan kadmium (Harjadi, 1993)

Jenis Ligan

a. Unidentat

   Ligan yang mempunyai 1 gugus donor pasangan elektron bebas. Contoh : NH_3, CN.

b. Bidentat

   Ligan yang mempunyai 2 gugus donor pasangan elektron bebas.

   Contoh : Etilendiamin.

c. Polidentat

   Ligan yang mempunyai banyak gugus donor pasangan elektron bebas.

   Contoh : asam etilendiamintetraasetat (EDTA).

a. Jenis titrasi kompleksometri

Macam-macam titrasi kompleksometri menggunakan EDTA adalah:

1) Titrasi langsung

Dilakukan untuk ion-ion logam yang tidak mengendap pada pH titrasi, reaksi pembentukan kompleks berjalan cepat, dan ada indikator yang cocok.

Prinsip: Ion logam yang berada dalam larutan dititrasi langsung oleh EDTA dengan menggunakan indikator yang sesuai.

Perlu dilakukan titrasi blanko untuk memeriksa adanya senyawa pengotor logam dalam pereaksi, karena pengotor logam dapat bereaksi dengan EDTA sehingga dikhawatirkan dapat membentuk kompleks logam-EDTA, karena sifat EDTA yang tidak spesifik.

Contoh penentuannya ialah untuk ion-ion Mg, Ca, dan Fe.

2) Titrasi kembali

Dilakukan untuk ion-ion logam yang mengendap pada pH titrasi, reaksi pembentukan kompleks berjalan lambat dan tidak ada indikator yang cocok dan dilakukan jika penentuan TA secara titrasi langsung tidak mungkin.

Penggunaan :

a) Digunakan untuk penentuan logam yang mengendap sebagai hidroksida/senyawa yang tidak larut pada pH kerja titrasi. Seperti: Pb-sulfat dan Ca-oksalat.
b) Digunakan untuk logam yang bereaksi lambat dengan EDTA, dimana pembentukan kompleks logam-EDTA terjadi sangat lambat dan labil pada pH titrasi.

Cara titrasi kembali :

Larutan yang mengandung logam ditambah EDTA berlebih, lalu sistem titrasi didapar (pH larutan dibuat tetap) pada pH yang sesuai, kemudian dipanaskan (untuk mempercepat terbentuknya kompleks). Setelah dingin, kelebihan EDTA dititrasi kembali dengan larutan baku Zn^{2+} ($ZnCl_2$, $ZnSO_4$, ZnO) atau larutan baku logam Mg^{2+} (MgO, $MgSO_4$).

3) Titrasi substitusi

Dipilih titrasi substitusi jika cara titrasi langsung dan titrasi kembali tidak dapat memberikan hasil yang baik. Dilakukan untuk ion-ion logam yang tidak bereaksi (atau tidak bereaksi sempurna) dengan indikator logam atau untuk ion-ion logam yang membentuk kompleks EDTA yang lebih stabil daripada kompleks ion-ion logam lain, seperti Mg^{2+} atau Zn^{2+} (Mg-EDTA dan Zn-EDTA) . contoh penggunaannya ialah untuk ion-ion Ca dan Mg^{2+}.

4) Titrasi tidak langsung

Dilakukan dengan berbagai cara yaitu;

a) Titrasi kelebihan kation pengendap (misalnya penetapan ion sulfat)
b) Titrasi kelebihan kation pembentuk senyawa kompleks (misalnya penetapan ion sianida).

Bagaimana pengaruh pH pada titrasi kompleksometri?

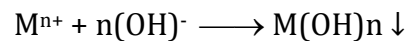
1) Suasana terlalu asam

Proton yang dibebaskan pada reaksi yang terjadi dapat mempengaruhi pH, dimana jika H+ yang dilepaskan terlalu tinggi, maka hal tersebut dapat terdisosiasi sehingga kesetimbangan pembentukkan kompleks dapat bergeser ke kiri, karena terganggu oleh suasana system titrasi yang terlalu asam.

Pencegahan : sistem titrasi perlu didapar untuk mempertahankan pH yang diinginkan.

2) Suasana terlalu basa

Bila pH system titrasi terlalu basa, maka kemungkinan akan terbentuk endapan hidroksida dari logam yang bereaksi.

$$M^{n+} + n(OH)^{-} \longrightarrow M(OH)n \downarrow$$

Sehingga jika pH terlalu basa, maka reaksi kesetimbangan akan bergeser ke kanan, sehingga pada suasana basa yang banyak akan terbentuk endapan.

b. Titik akhir titrasi kompleksometri

Penentuan titik akhir titrasi kompleksometri dapat dilakukan dengan cara sebagai berikut :

1) Cara Visual

Sebagai indikator digunakan jenis indikator logam seperti : Eriochrom Black T (EBT), Murexide, Xylenol Orange, Dithizon dan Asam sulfosalisilat.

2) Cara Instrumen

Untuk menentukan titik akhir titrasi digunakan instrumen fotometer atau potensiometer.

c. Indikator

Sebagian besar titrasi kompleksometri mempergunakan indikator yang juga bertindak sebagai pengompleks dan tentu saja kompleks logamnya mempunyai warna yang berbeda dengan pengompleksnya sendiri.

Indikator demikian disebut indikator metalokromat. Indikator jenis ini contohnya adalah Eriochromeblack T, pyrocatechol violet, xylenol orange, calmagit, 1-(2-piridil-azonaftol), PAN, zincon, asam salisilat, metafalein dan calcein blue (Khopkar, 2002).

Titrasi dapat ditentukan dengan adanya penambahan indikator yang berguna sebagai tanda tercapai titik akhir titrasi. Ada lima syarat suatu indikator ion logam dapat digunakan pada pendeteksian visual dari titik-titik akhir yaitu:

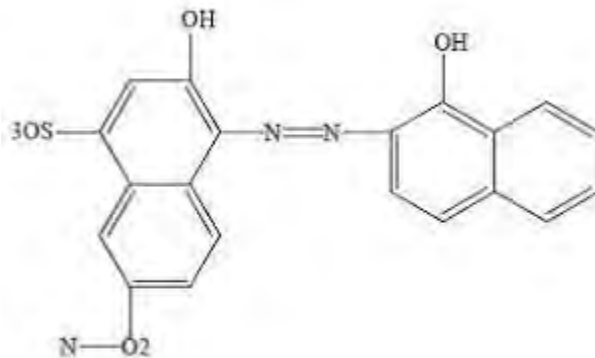
1) Reaksi warna harus sedemikian sehingga sebelum titik akhir, bila hampir semua ion logam telah berkompleks dengan EDTA, larutan akan berwarna kuat.
2) Reaksi warna haruslah spesifik (khusus), atau sedikitnya selektif.
3) Kompleks-indikator logam harus memiliki kestabilan yang cukup agar diperoleh perubahan warna yang tajam. K
4) Kompleks – indikator logam harus kurang stabil dibanding kompleks logam – EDTA untuk menjamin agar pada titik akhir, EDTA memindahkan ion-ion logam dari kompleks-indikator logam ke kompleks logam-EDTAharus tajam dan cepat.
5) Kontras warna antara indikator bebas dan kompleks – indikator logam harus sedemikian sehingga mudah diamati. Indikator harus sangat peka terhadap ion logam sehingga perubahan warna terjadi sedikit mungkin dengan titik ekuivalen.

Penetapan titik akhir titrasi menggunakan indikator logam, yaitu indikator yang dapat membentuk senyawa kompleks dengan ion logam. Ikatan kompleks antara indikator dan ion logam harus lebih lemah dari pada ikatan kompleks antara larutan titer dan ion logam. Larutan indikator bebas mempunyai warna yang berbeda dengan larutan kompleks indikator.

Beberapa indikator logam yang biasa digunakan dalam titrasi kompleksometri adalah diantaranya adalah:

1) Eriokrom Black T

   Merupakan asam lemah, tidak stabil dalam air karena senyawa organic ini merupakan gugus sulfonat yang mudah terdisosiasi sempurna dalam air dan mempunyai 2 gugus fenol yang terdisosiasi lambat dalam air.

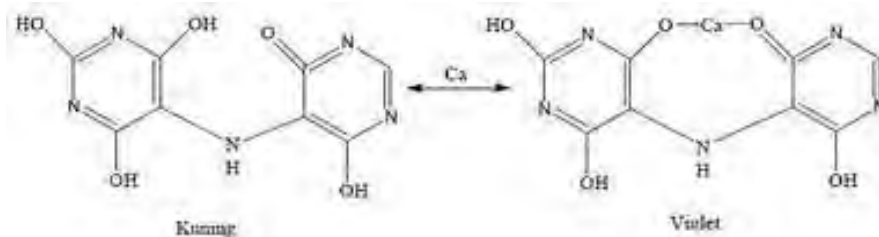
   Indikator ini peka terhadap perubahan kadar logam dan pH larutan. Pada pH 8 -10 senyawa ini berwarna biru dan kompleksnya berwarna merah anggur. Pada pH 5 senyawa itu sendiri berwarna merah, sehingga titik akhir sukar diamati, demikian juga pada pH 12. Umumnya titrasi dengan indikator ini dilakukan pada pH 10. Struktur bangun EBT di berikan di bawah ini.

Gambar 11. Struktur molekul Eriokrom Black T

   Penggunaan :

   Penentuan kadar Ca, Mg, Cd, Zn, Mn, Hg.

Gambar 12. Warna titik akhir titrasi kompleksometri menggunakan indikator EBT

2) Murexide

Merupakan indikator yang sering digunakan untuk titrasi Ca^{2+}, pada pH=12. Struktur bangunnya adalah di bawah ini.

Gambar 13. Struktur molekul murexide

3) Jingga xilenol (xylenol orange)

Indikator ini berwarna kuning sitrun dalam suasana asam dan merah dalam suasana alkali. Kompleks logam-jingga xilenol berwarna merah, karena itu digunakan pada titrasi dalam suasana asam.

4) Biru Hidroksi Naftol

Indikator ini memberikan warna merah sampai lembayung pada daerah pH12 –13 dan menjadi biru jernih jika terjadi kelebihan edetat.

5) Calmagite

Kalmagit merupakan asam 1-(1-hidroksil-4-metil-2-fenilazo)-2-naftol-4-sulfonat (V), mempunyai perubahan warna yang sama seperti hitam solokrom (Hitam Eriokrom T), tetapi perubahan warnanya agak lebih jelas dan tajam. Kelebihan indikator ini adalah tetap stabil hampir tanpa batas waktu. Zat ini digunakan sebagai ganti Hitam Solokrom (Hitam Eriokrom T) tanpa mengubah eksperimen untuk titrasi kalsium ditambah magnesium.

6) Tiron

7) Violet cathecol

Beberapa indikator logam sering mengalami penguraian apabila dilarutkan dalam air. Sehingga stabilitas di dalam larutan rendah sekali. Oleh karena itu, dalam prakteknya sering dibuat pengenceran dengan NaCl atau KNO_3 dengan perbandingan 1:500.

Titrasi kompleksometri umumnya dilakukan secara langsung untuk logam yang dengan cepat membentuk senyawa kompleks, sedangkan yang lambat membentuk senyawa kompleks dilakukan titrasi kembali.

Tingkat keasaman (pH) larutan mempengaruhi kurva titrasi : harga derajat disosiasi EDTA akan bergantung pada pH larutan, semakin besar harga pH semakin besar konsentrasi Y4- dalam larutan.

3. Refleksi

Petunjuk

a. Tuliskan nama dan KD yang telah Anda selesaikan pada lembar tersendiri
b. Tuliskan jawaban pada pertanyaan pada lembar refleksi!
c. Kumpulkan hasil refleksi pada guru Anda

LEMBAR REFLEKSI

a. Bagaimana kesan anda setelah mengikuti pembelajaran ini?

   ……………………………………………………………………………………………………

   ……………………………………………………………………………………………………

   ……………………………………………………………………………………………………

b. Apakah anda telah menguasai seluruh materi pembelajaran ini? Jika ada materi yang belum dikuasai tulis materi apa saja!

   ……………………………………………………………………………………………………

   ……………………………………………………………………………………………………

   ……………………………………………………………………………………………………

c. Manfaat apa yang anda peroleh setelah menyelesaikan pelajaran ini?

   ……………………………………………………………………………………………………

   ……………………………………………………………………………………………………

   ……………………………………………………………………………………………………

d. Apa yang akan anda lakukan setelah menyelesaikan pelajaran ini?

   ……………………………………………………………………………………………………

   ……………………………………………………………………………………………………

   ……………………………………………………………………………………………………

e. Tuliskan secara ringkas apa yang telah anda pelajari pada kegiatan pembelajaran ini!

   ……………………………………………………………………………………………………

   ……………………………………………………………………………………………………

   ……………………………………………………………………………………………………

4. Tugas

Lakukan teknik kerja titrasi pembentukan senyawa kompleks untuk menentukan kandungan CaCO3 dalam kulit telur.

a. Alat yang diperlukan:
   1) Neraca analitik
   2) Labu ukur 100 ml
   3) Corong gelas
   4) Pipet volum 25 ml
   5) Ball filler pipet
   6) Gelas piala
   7) Buret
   8) Oven
   9) Erlenmeyer
   10) Pipet tetes
   11) Botol semprot

b. Bahan yang digunakan:
   1) Aquades
   2) Larutan Na_2EDTA
   3) Larutan $MgSO_4.7H_2O$
   4) Larutan HCl 6 M
   5) Larutan NaOH 4 M
   6) Indikator EBT
   7) Indikator murexid
   8) Larutan Buffer salmiak pH

Langkah kerja:

a. Pembuatan Larutan standar sekunder Na_2EDTA

Larutkan 37,32 gram Na_2EDTA dalam 2 liter aquades.

b. Pembuatan Larutan Standar Primer Mg^{2+}

Timbang dengan teliti ± 0,63 gram padatan $MgSO_4.7H_2O$, larutkan dalam HCl 6 M sebanyak 10 – 15 ml. Atur pHnya sekitar pH 3-4 dengan penambahan NaOH 4 M, encerkan sampai volume 250 ml dengan penambahan aquades di dalam labu ukur.

c. Pembuatan Indikator EBT

1 gram EBT digerus dengan 100 gram NaCl kering dalam mortir. Simpan di dalam botol yang kering.

d. Pembuatan Indikator Murexid

1 gram Murexid digerus dengan 100 gram NaCl kering dalam mortir. Simpan di dalam botol yang kering.

e. Pembuatan Larutan Buffer Salmiak pH 10

Amoniak pekat sebanyak 142 ml dicampur dengan 17,5 gram amonium klorida. Encerkan dengan aquades sampai volume 250 ml. Periksa pHnya, kalau perlu tambahkan HCl atau NH_4OH sampai pH 10 ± 0,1.

f. Standarisasi Na_2EDTA dengan larutan Standar Primer

1) Pipet 25 ml larutan standar Mg^{2+}, masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml,
2) Encerkan dengan aquades sampai ± 50 ml.
3) Tambahkan 10 ml larutan buffer salmiak pH 10
4) Tambahkan satu sendok kecil ± 50 mg indikator EBT.
5) Titrasi dengan larutan Na_2EDTA sampai terjadi perubahan warna dari merah anggur ke biru. Lakukan titrasi secara duplo.
6) Tentukan konsentrasi larutan EDTA.

g. Penetapan kadar $CaCO_3$ dalam kulit telur.

1) Bersihkan kulit telur dari membran yang tersisa, jika perlu bilas dengan air.

2) Tempatkan kulit telur yang sudah bersih ini ke dalam cawan penguap atau kaca arloji, kemudian keringkan di dalam oven pada suhu 105°C selama 30 menit.
3) Dinginkan kulit telur tersebut kemudian gerus hingga halus dalam mortar.
4) Timbang dengan teliti ± 3 gram kulit telur yang sudah dihaluskan kemudian tempatkan ke dalam gelas kimia 250 ml.
5) Tambahkan aquades dan HCl 6 M sebanyak 50 ml sambil diaduk perlahan. Lakukan dalam lemari asam.
6) Panaskan perlahan larutan kulit telur yang diperoleh sambil diaduk sampai hampir semua padatan larut, kemudian dinginkan.
7) Saring larutan yang diperoleh kemudian encerkan ke dalam labu ukur 250 ml.
8) Pipet 25 ml larutan sampel ini ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan sampai tanda batas.
9) Pipet 5 ml Larutan dalam labu ukur 100 ml dan masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml,
10) tambahkan aquades 50 ml dan 2 ml larutan NaOH 4 M
11) Tambahkan ± 50 mg indikator murexid.
12) Titrasi dengan larutan Na_2EDTA sampai terjadi perubahan warna larutan menjadi berwarna ungu biru. Lakukan titrasi duplo
13) Tentukan % $CaCO_3$ dalam kulit telur.

Data Pengamatan

Standarisasi larutan EDTA dengan larutan $MgSO_4$

No	Volume EDTA (mL)	Volume $MgSO_4$ (mL)	Normalitas $MgSO_4$	Normalitas EDTA
1				
2				
Rata-rata				

Perhitungan :

Mol ekivalen EDTA = mol ekivalen $MgSO_4$

Vtitrasi x N EDTA = V $MgSO_4$ x N $MgSO_4$

Titrasi sampel

No	Volume Sampel (mL)	Volume EDTA (mL)	Normalitas EDTA	Normalitas Sampel
1				
2				
Rata-rata				

Perhitungan

Mol.ek. Ca^{2+} = mol.ek. Na_2EDTA

(V . M) Ca^{2+} = (V . M) Na_2EDTA

dimana :

V Ca^{2+} : Volume sampel yang dipipet

M Ca^{2+} : molaritas Ca^{2+} yang dicari

V Na_2EDTA : volume Na_2EDTA dari pembacaan buret

M Na_2EDTA : molaritas Na_2EDTA yang sudah di standarisasi

Bila Ca^{2+} dalam sampel sebagai $CaCO_3$ maka kadar $CaCO_3$ dalam sampel adalah

$$\frac{\text{BM } CaCO_3 \text{ (g/mol) x M } Ca^{2+}}{\text{Gram sampel}} \text{ x fp x } 100 = \text{...........}\%$$

fp : Faktor pengenceran

5. Tes Formatif

a. Jelaskan pengertian titrasi kompleksometri!
b. Senyawa apa yang sering digunakan sebagai ligan (zat pembentuk kompleks) dalam titrasi kompleksometri?
c. Tuliskan 2 cara penentuan titik akhir dalam titrasi kompleksometri!
d. Tuliskan jenis-jenis titrasi kompleksometri yang menggunakan EDTA!
e. Tuliskan 2 jenis indikator yang sering digunakan dalam titrasi kompleksometri!

C. Penilaian

1. Sikap

KRITERIA	SKOR	INDIKATOR
Sangat Baik (SB)	4	Selalu santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman, teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.
Baik (B)	3	Sering santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman, teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.
Cukup (C)	2	Kadang-kadang santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman, teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.
Kurang (K)	1	Tidak pernah santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman, kurang teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.

2. Pengetahuan

Jawablah Pertanyaan-pertanyaan ini dengan singkat dan jelas!

a. Tuliskan 2 cara penentuan titik akhir dalam titrasi kompleksometri!
b. Tuliskan jenis-jenis titrasi kompleksometri yang menggunakan EDTA!
c. Jelaskan pengertian titrasi kompleksometri!

d. Senyawa apa yang sering digunakan sebagai ligan (zat pembentuk kompleks) dalam titrasi kompleksometri?
e. Tuliskan 2 jenis indikator yang sering digunakan dalam titrasi kompleksometri!

3. Ketrampilan

No	Aspek yang dinilai	Penilaian			
		1	2	3	4
1	Pembuatan larutan standar dan indikator				
2	Standarisasi larutan standar Na_2EDTA				
3	Pengukuran kadar sampel				
4.	Pengamatan				
5.	Data yang diperoleh				
6.	Kesimpulan				

Rubrik

Aspek yang dinilai	Penilaian			
	1	2	3	4
Pembuatan larutan standar	Penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Salah satu dari penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi, tetapi tidak memperhatikan keselamatan kerja.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi dan memperhatikan keselamatan kerja.
Standarisasi larutan standar	Penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Salah satu dari penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi, tetapi tidak memperhatikan keselamatan kerja.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi dan memperhatikan keselamatan kerja.

Aspek yang dinilai	Penilaian			
	1	2	3	4
Pengukuran kadar sampel	Penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Salah satu dari penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi, tetapi tidak memperhatikan keselamatan kerja.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi dan memperhatikan keselamatan kerja.
Pengamatan	Pengamatan tidak cermat .	Pengamatan cermat, tetapi mengandung interpretasi.	Pengamatan cermat dan bebas interpretasi.	Pengamatan cermat dan bebas interpretasi.
Data yang diperoleh	Data tidak lengkap.	Data lengkap, tetapi tidak terorganisir, atau ada yang salah tulis.	Data lengkap, terorganisir, dan ditulis dengan benar.	Data lengkap, terorganisir, dan ditulis dengan benar.
Kesimpulan	Tidak benar atau tidak sesuai tujuan.	Sebagian kesimpulan ada yang salah atau tidak sesuai tujuan.	Semua benar atau sesuai tujuan.	Semua benar atau sesuai tujuan.

Kegiatan Pembelajaran 4. Teknik KerjaTitrasi Reaksi Reduksi Oksidasi

A. Deskripsi

Analisa dengan cara titrasi redoks telah banyak dimanfaatkan, seperti dalam analisis vitamin C (asam askorbat) begitu pula aplikasi dalam bidang industri misalnya penentuan sulfite dalam minuman anggur dengan menggunakan iodine, atau penentuan kadar alkohol dengan menggunakan kalium dikromat. Beberapa contoh yang lain adalah penentuan asam oksalat dengan menggunakan permanganate, penentuan besi(II) dengan serium(IV), dan sebagainya.

Karena melibatkan reaksi redoks maka pengetahuan tentang penyetaraan reaksi redoks memegang peran penting, sepertinya akan menjadi tidak mungkin bisa mengaplikasikan titrasi redoks tanpa melakukan penyetaraan reaksinya dulu. Selain itu pengetahuan tentang perhitungan sel volta, sifat oksidator dan reduktor juga sangat berperan. Dengan pengetahuan yang cukup baik mengenai semua itu maka perhitungan stoikiometri titrasi redoks menjadi jauh lebih mudah. Perlu diingat dari penyetaraan reaksi kita akan mendapatkan harga equivalen tiap senyawa untuk perhitungan titrasi.

B. Kegiatan Belajar

1. Tujuan Pembelajaran

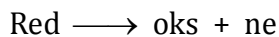
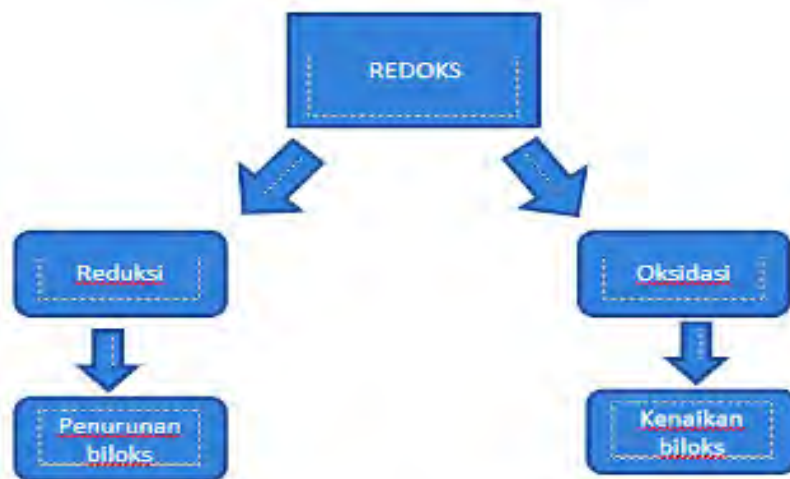
Setelah mempelajari bahan ajar ini siswa diharapkan mampu menerapkan teknik kerja titrasi pada penentuan sampel berdasarkan reaksi oksidasi reduksi

2. Uraian Materi

a. Prinsip dasar reduksi-oksidasi

Oksidasi adalah pelepasan satu atau lebih elektron dari suatu atom, ion atau molekul. Sedang reduksi adalah penangkapan satu atau lebih elektron oleh suatu atom, ion atau molekul. Tidak ada elektron bebas dalam sistem kimia, dan pelepasan elektron oleh suatu zat kimia selalu disertai dengan penangkapan elektron oleh bagian yang lain, dengan kata lain reaksi oksidasi selalu diikuti reaksi reduksi.

Dalam reaksi oksidasi reduksi (redoks) terjadi perubahan valensi dari zat-zat yang mengadakan reaksi. Disini terjadi transfer elektron dari pasangan pereduksi ke pasangan pengoksidasi. Suatu reaksi redoks umumnya dapat ditulis sbb :

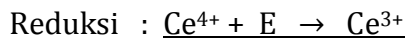
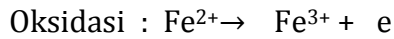
$$\text{Red} \longrightarrow \text{oks} + \text{ne}$$

Dimana red menunjukkan bentuk tereduksi (disebut juga reduktan atau zat pereduksi) oks adalah bentuk teroksidasi (oksidan atau zat pengoksidasi), n adalah jumlah elektron yang ditransfer dan e adalah elektron.

sumber: www.blogspot.com

Gambar 14. Peta Redoks

Berdasarkan konsep elektron dari suatu zat, istilah redok digunakan untuk reaksi-reaksi dimana terjadi pelepasan dan pengikatan elektron. Pelepasan elektron disebut oksidasi sedangkan pengikatan elektron disebut reduksi.

Oksidasi : $Fe^{2+} \rightarrow \ Fe^{3+} + \ e$

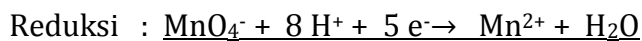
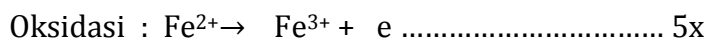
Reduksi : $\underline{Ce^{4+} + E \ \rightarrow \ Ce^{3+}}$

Redoks : $Fe^{2+}\ Ce^{4+} \rightarrow \ Fe^{3+} + \ Ce^{3+}$

Pada reaksi redoks jumlah elektron yang dilepaskan oleh reduktor selalu sama dengan jumlah elektron yang diikat oleh oksidator. Hal ini analog dengan reaksi asam basa, dimana proton yang dilepaskan oleh asam dan proton yang diikat oleh basa juga selalu sama. Oleh karena elektron tidak tampak pada keseluruhan reaksi maka penulisan reaksi lebih mudah bila dipisahkan menjadi dua bagian yaitu bagian oksidasi dan bagian reduksi, masing-masing dikenal sebagai setengah reaksi (lihat contoh reaksi di atas).

Oleh karena reaksi berlangsung dalam larutan air maka untuk menyempurnakan koefisien reaksi air (H^+ atau OH^-) bila perlu dapat diikutsertakan dalam reaksi. Misalnya dalam oksidasi senyawa besi (II) dengan kalium permanganat, reaksi dapat ditulis sebagai berikut :

Oksidasi : $Fe^{2+} \rightarrow \ Fe^{3+} + \ e$ …………………………… 5x

Reduksi : $\underline{MnO_4^- + 8\ H^+ + 5\ e^- \rightarrow \ Mn^{2+} + H_2O}$

Redoks : $5\ Fe^{2+}\ MnO_4 \rightarrow \ 8\ H^+ \ + \ 5\ Fe^{3+} + Mn^{2+} + 4\ H_2O$

Agar dapat digunakan sebagai dasar titrasi, maka reaksi redoks harus memenuhi persyaratan umum sebagai berikut :

1) Reaksi harus cepat dan sempurna.
2) Reaksi berlangsung secara stiokiometrik, yaitu terdapat kesetaraan yang pasti antara oksidator dan reduktor.
3) Titik akhir harus dapat dideteksi, misalnya dengan bantuan indikator redoks atau secara potentiometrik.

Pengertian Bobot Ekivalen

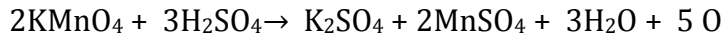
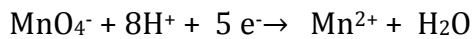
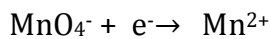
Bobot ekivalen suatu zat pada titrasi redoks adalah bobot dalam gram dari suatu zat yang diperlikan untuk memberikan atau bereaksi dengan 1 mol elektron. Contoh :

$2KMnO_4 + 3H_2SO_4 \rightarrow K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 3H_2O + 5\ O$

BE $KMnO_4$ = 1/5 mol

Atau :

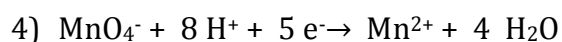
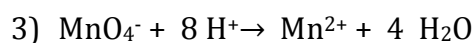
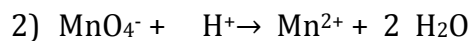
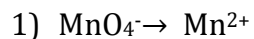
$MnO_4^- + e^- \rightarrow Mn^{2+}$

$MnO_4^- + 8H^+ + 5\ e^- \rightarrow Mn^{2+} + H_2O$

BE $KMnO_4$ = 1/5 mol

Untuk melengkapkan koefisien pada reaksi oksidasi atau reduksi dapat dilakukan prosedur sebagai berikut :

1) Tulis reaktan dan produk.
2) Samakan jenis unsur.
   Untuk O dipakai H_2O
   Untuk H dipakai H^+ (pada media asam) atau OH (pada media basa).
3) Samakan jumlah unsur.
4) Samakan muatan dengan penambahan elektron pada bagian reaktan atau produk.

Contoh : reaksi reduksi dari $KMnO_4$

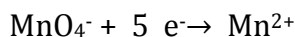
1) $MnO_4^- \rightarrow Mn^{2+}$
2) $MnO_4^- + \quad H^+ \rightarrow Mn^{2+} + 2\ H_2O$
3) $MnO_4^- + 8\ H^+ \rightarrow Mn^{2+} + 4\ H_2O$
4) $MnO_4^- + 8\ H^+ + 5\ e^- \rightarrow Mn^{2+} + 4\ H_2O$

Bilangan oksidasi

Untuk menentukan bobot ekivalen pada titrasi redoks dapat juga dilakukan tanpa melengkapkan koefisien reaksi, yaitu dengan menggunakan bilangan oksidasi (tingkat oksidasi). Perubahan bilangan oksidasi menunjukkan jumlah elektron yang diikat atau dilepaskan pada reaksi redoks.

Untuk menetapkan bilangan oksidasi digunakan ketentuan berikut :

1) Bilangan oksidasi dari ion sederhana (monoatomik) sama dengan muatannya.
2) Jumlah bilangan oksidasi dari molekul adalah nol.
3) Jumlah bilangan oksidasi dari atom-atom yang menyusun ion sama dengan muatan dari ion tersebut.
4) Bilangan oksidasi dari H = +1 (kecuali pada gas Hidrogen dan hidrida, masing-masing adalah -1, 0 dan +2).
5) Bilangan oksidasi dari H = +1 (kecuali pada gas Hidrogen dan hidrida, masing-masing adalah 0 dan -1).
6) Bilangan oksidasi dari logam, yaitu sama dengan valensinya dan diberi tanda positif.

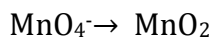
Contoh :

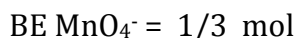
$MnO_4^- + 5\ e^- \rightarrow Mn^{2+}$

Pada MnO_4^- bilangan oksidasi dari O = 4 x -2 = -8 (muatan -1)

Jadi bilangan oksidasi dari Mn = +7

Jadi dari Mn^{7+} menjadi Mn^{2+} diperlukan 5 e.

BE MnO_4^-

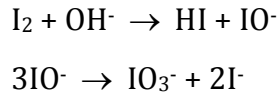
$MnO_4^- \rightarrow MnO_2$

Pada MnO_2 bilangan oksidasi O = -4, sehingga bilangan oksidasi dari Mn = +4. jadi dari Mn^{7+} menjadi Mn^{+4} diperlukan 3 e.

BE MnO_4^- = 1/3 mol

Reaksi redoks secara luas digunakan dalam analisa titrimetrik dari zat-zat anorganik maupun organik. Titrasi reduksi oksidasi adalah titrasi penentuan suatu oksidator oleh reduktor atau sebaliknya. Reaksinya merupakan reaksi serah terima elektron, yaitu elektron diberikan oleh pereduksi (proses oksidasi) dan diterima oleh pengoksidasi (proses reduksi).

Bagaimana Persyaratan Tingkat Keasaman (pH) pada titrasi reduksi-oksidasi ?

Pada metode iodimetri dan iodometri, larutan harus dijaga supaya pH larutan lebih kecil dari 8 karena dalam larutan alkali iodium bereaksi dengan hidroksida (OH^-) menghasilkan ion hipoiodit yang pada akhirnya menghasilkan ion iodat menurut reaksi :

$$I_2 + OH^- \rightarrow HI + IO^-$$

$$3IO^- \rightarrow IO_3^- + 2I^-$$

Sehingga apabila ini terjadi maka potensial oksidasinya lebih besar daripada iodium akibatnya akan mengoksidasi tiosulfat ($S_2O_3^{2-}$) tapi juga menghasilkan sulfat (SO_4^{2-}) sehingga menyulitkan perhitungan stoikiometri (reaksi berjalan tidak kuantitatif). Oleh karena itu, pada metode iodometri tidak pernah dilakukan dalam larutan basa kuat.

Zat organic dapat dioksidasi dengan $KMnO_4$ dalam suasana asam dengan pemanasan. Sisa $KMnO_4$ direduksi dengan asam oksalat berlebih. Kelebihan asam oksalat dititrasi kembali dengan $KMnO_4$.

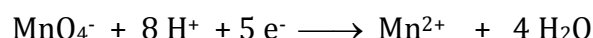
b. Jenis titrasi reduksi-oksidasi

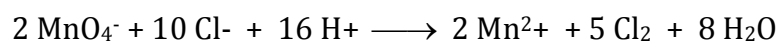
Titrasi redoks adalah metode penentuan kuantitatif yang reaksi utamanya adalah reaksi redoks, reaksi ini hanya dapat berlangsung jika terjadi interaksi dari senyawa/unsur/ion yang bersifat oksidator dengan unsur/senyawa/ion bersifat reduktor. Jadi kalau larutan bakunya oksidator, maka analat harus bersifat reduktor atau sebaliknya. Berdasarkan sifat larutan bakunya maka titrasi redoks dibagi atas : *oksidimetri dan reduksimetri*.

Oksidimetri adalah metode titrasi redoks dengan larutan baku yang bersifat sebagai oksidator berdasarkan jenis oksidatornya maka oksidimetri dibagi menjadi yaitu :

1) *Permanganometri*,

   Permanganometri adalah penetapan kadar zat berdasar atas reaksi oksidasi reduksi dengan $KMnO_4$ mengalami reduksi. Dalam suasana asam reaksi dapat dituliskan sebagai berikut:

   $$MnO_4^- + 8\ H^+ + 5\ e^- \longrightarrow Mn^{2+} + 4\ H_2O$$

   Dengan demikian berat ekivalennya seperlima dari berat molekulnya atau 31,606. Asam sulfat merupakan asam yang paling cocok karena tidak bereaksi dengan permanganat. Sedangkan dengan asam klorida terjadi reaksi sebagai berikut:

   $$2\ MnO_4^- + 10\ Cl^- + 16\ H^+ \longrightarrow 2\ Mn^{2+} + 5\ Cl_2 + 8\ H_2O$$

   Untuk larutan tidak berwarna, tidak perlu menggunakan indikator, karena 0,01 ml kalium permanganat 0,1 N dalam 100 ml larutan telah dapat dilihat warna ungunya. Untuk memperjelas titik akhir dapat ditambahkan indikator redoks seperti feroin, asam N-fenil antranilat.

Penambahan indikator ini biasanya tidak diperlukan, kecuali jika menggunakan kalium permanganat 0,01 N .

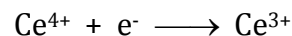
Kebanyakan titrasi dilakukan dengan cara langsung atas apa yang dapat dioksidasi seperti Fe^{+}, asam atau garam oksalat yang dapat larut dan sebagainya. Beberapa ion logam yang tidak dioksidasi dapat dititrasi secara tidak langsung dengan permanganometri seperti:

a) Ion-ion Ca, Ba, Sr, Pb, Zn, dan Hg (II) yang dapat diendapkan sebagai oksalat. Setelah endapan disaring dan dicuci dilarutkan dalam H_2SO_4 berlebih sehingga terbentuk asam oksalat secara kuantitatif. Asam oksalat inilah akhirnya dititrasi dan hasil titrasi dapat dihitung banyaknya ion logam yang bersangkutan.
b) Ion-ion Ba dan Pb dapat pula diendapkan sebagai garam khromat. Setelah disaring, dicuci, dan dilarutkan dengan asam, ditambahkan pula larutan baku $FeSO_4$ berlebih. Sebagian Fe^{2+} dioksidasi oleh khromat tersebut dan sisanya dapat ditentukan banyaknya dengan menitrasinya dengan $KMnO_4$.

2) *Dikhrometri*, larutan baku yang digunakan adalah larutan $K_2Cr_2O_7$. sepanjang titrasi dalam suasana asam $K_2Cr_2O_7$ mengalami reduksi.

$$Cr_2O_7^{2-} + 14H^+ + 6e^- \longrightarrow 2Cr^{3+} + 7H_2O$$

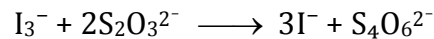
3) *Serimetri*, larutan baku yang digunakan adalah larutan $Ce(SO_4)_2$,reaksi reduksi yang dialaminya adalah :

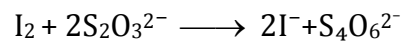
$$Ce^{4+} + e^- \longrightarrow Ce^{3+}$$

4) *Iodimetri,* larutan yang digunakan adalah I_2 dimana pada titrasi mengalami reduksi.

$$I_2 + 2e^- \longrightarrow 2I^- \qquad Eo = + 0,535 \text{ volt}$$

Iodimetri merupakan titrasi langsung dengan baku iodium terhadap senyawa dengan potensial oksidasi yang lebih rendah

Dalam kebanyakan titrasi langsung dengan iod (iodimetri), digunakan suatu larutan iodium dalam kalium iodida dan karena itu spesi reaktifnya adalah ion triiodida (I_3^-). Untuk tepatnya semua persamaan yang melibatkan reaksi-reaksi iodium seharusnya ditulis dengan I_3^- dan bukan I_2 ,misal :

$$I_3^- + 2S_2O_3^{2-} \longrightarrow 3I^- + S_4O_6^{2-}$$

Reaksi diatas lebih akurat dari pada :

$$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \longrightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$$

namun demi kesederhanaan untuk selanjutnya penulisan larutan iodium dengan menggunakan I_2 bukan dengan I_3.

5) Iodatometri

Kalium Iodat merupakan oksidator yang kuat. Dalam kondisi tertentu kalium Iodat dapat bereaksi secara kuantitatif dengan yodida atau Iodium. Dalam larutan yang tidak terlalu asam, reaksi Iodat dengan garam Iodium, seperti kalium yodida, akan berhenti jika Iodat telah tereduksi menjadi Iodium.

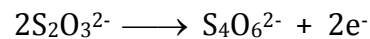
$$IO_3^- + 2\ I^- + 3\ Cl^- \longrightarrow 3\ H_2O + 3\ I_2$$

I_2 yang terbentuk dapat dititrasi dengan natrium tiosulfat baku. Jika konsentrasi asamnya tinggi yaitu lebih dari 4 N, Iodium yang terbentuk pada reaksi diatas akan dioksidasi oleh Iodat menjadi ion Iodium, I+. Konsentrasi ion klorida yang tinggi menyebabkan terbentuknya Iodium monoklorida yang stabil terhadap hidrolisis karena adanya asam klorida.

$$IO_3^- + 2\ I^- + 3\ Cl^- + 6H^+ \longrightarrow 3ICl + 3\ H_2O$$

Pada reaksi ini untuk mengamati titik akhir reaksi dapat digunakan kloroform atau karbon tetraklorida. Pada awal titrasi timbul Iodium sehingga larutan kloroform berwarna ungu. Pada titrasi selanjutnya Iodium yang terbentuk akan dioksidasi lagi menjadi I- dan warna lapisan kloroform menjadi hilang.

Reduksimetri adalah metode titrasi redoks dengan larutan baku yang bersifat sebagai reduktor dan salah satu metode reduksimetri yang terkenal adalah iodometri, pada iodometri larutan baku yang digunakan adalah larutan Natrium tiosulfat yang pada titrasinya mengalami oksidasi.

$$2S_2O_3^{2-} \longrightarrow S_4O_6^{2-} + 2e^-$$

Iodida merupakan oksidator yang relatif lemah. Oksidasi potensial sistem iodium iodida ini dapat dituliskan sebagai reaksi berikut ini :

$$I_2 + 2e^- \longleftrightarrow 2I^- \qquad Eo = +0{,}535 \text{ volt}$$

Iodometri merupakan titrasi tidak langsung, metode ini diterapkan terhadap senyawa dengan potensial oksidasi yang lebih besar dari sistem iodium iodida. Iodium yang bebas dititrasi dengan natrium tiosulfat.

Pada *Iodometri*, sampel yang bersifat oksidator direduksi dengan kalium iodida berlebih dan akan menghasilkan iodium yang selanjutnya dititrasi dengan larutan baku tiosulfat. Banyaknya volume tiosulfat yang digunakan sebagai titran setara dengan iod yang dihasilkan dan setara dengan banyaknya sampel.Prinsip penetapannya yaitu bila zat uji (oksidator) mula-mula direaksikan dengan ion iodida berlebih, kemudian iodium yang terjadi dititrasi dengan larutan tiosulfat.

Reaksinya : $\text{oksidator} + KI \longrightarrow I_2$

$$I_2 + 2\,Na_2S_2O_3 \longrightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

Iodatometri, Kalium Iodat merupakan oksidator yang kuat. Dalam kondisi tertentu kalium Iodat dapat bereaksi secara kuantitatif dengan yodida atau Iodium. Dalam larutan yang tidak terlalu asam, reaksi Iodat dengan garam Iodium, seperti kalium yodida, akan berhenti jika Iodat telah tereduksi menjadi Iodium.

$$IO_3^- + 2\ I^- + 3\ Cl^- \longrightarrow 3\ H_2O + 3\ I_2$$

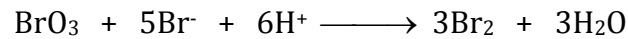
I_2 yang terbentuk dapat dititrasi dengan natrium tiosulfat baku. Jika konsentrasi asamnya tinggi yaitu lebih dari 4 N, Iodium yang terbentuk pada reaksi diatas akan dioksidasi oleh Iodat menjadi ion Iodium, I^+. Konsentrasi ion klorida yang tinggi menyebabkan terbentuknya Iodium monoklorida yang stabil terhadap hidrolisis karena adanya asam klorida.

$$IO3^- + 2\ I^- + 3\ Cl^- + 6H^+ \longrightarrow 3ICl + 3\ H2O$$

Pada reaksi ini untuk mengamati titik akhir reaksi dapat digunakan kloroform atau karbon tetraklorida. Pada awal titrasi timbul Iodium sehingga larutan kloroform berwarna ungu. Pada titrasi selanjutnya Iodium yang terbentuk akan dioksidasi lagi menjadi I- dan warna lapisan kloroform menjadi hilang.

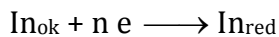
Satu tetes larutan iodium 0,1 N dalam 100 ml air memberikan warna kuning pucat. Untuk menaikkan kepekaan titik akhir dapat digunakan indikator kanji. Iodium dilihat dengan kadar iodium 2×10^{-4} M dan iodida 4×10^{-4} M. Penyusun utama kanji adalah amilosa dan amilopektin. Amilosa dengan iodium membentuk warna biru, sedangkan amilopektin membentuk warna merah. Sebagai indikator dapat pula digunakan karbon tetraklorida. Adanya iodium dalam lapisan organik menimbulkan warna ungu.

Bromatometri adalah titrasi reduksi-oksidasi dimana larutan $KBrO_3$ digunakan sebagai larutan pentitrasi (titran). $KBrO_3$ dalam suasana asam reaksinya sebagai berikut:

$$BrO_3 + 5Br^- + 6H^+ \longrightarrow 3Br_2 + 3H_2O$$

Dengan penambahan KBr, $KBrO_3$ akan mengoksidasi KBr menjadi Br_2. Br_2 dapat dikenali dari warnanya yang kuning, tetapi dapat juga dikenal dengan indikator azo misalnya metil merah atau metil jingga. Di dalam suasana asam indikator ini berwarna merah yang kemudian diuraikan oleh Br_2 menjadi kuning pucat. Perubahan warna tidak reversible karena indikator dirusak oleh Br_2.

c. Indikator titrasi reduksi-oksidasi

Disamping secara potensiometrik (dengan mengukur loncatan potensial larutan), titik akhir dari titrasi redoks dapat juga ditetapkan secara visual apabila sistem redoks itu sendiri memperlihatkan perubahan warna pada titik akhir titrasi (misalnya $KMnO_4$), atau dengan menambahkan indikator redoks. Indikator adalah senyawa organik yang bila dioksidasi dengan atau direduksi akan mengalami perubahan warna. Perbedaan warna dari bentuk tereduksi dengan bentuk teroksidasi harus tajam, sehingga penggunaannya dapat sesedikit mungkin untuk mengurangi kesalahan titrasi.

$$In_{ok} + n\,e \longrightarrow In_{red}$$

Warna indikator oksidasi tidak sama dengan warna indikator reduksi.

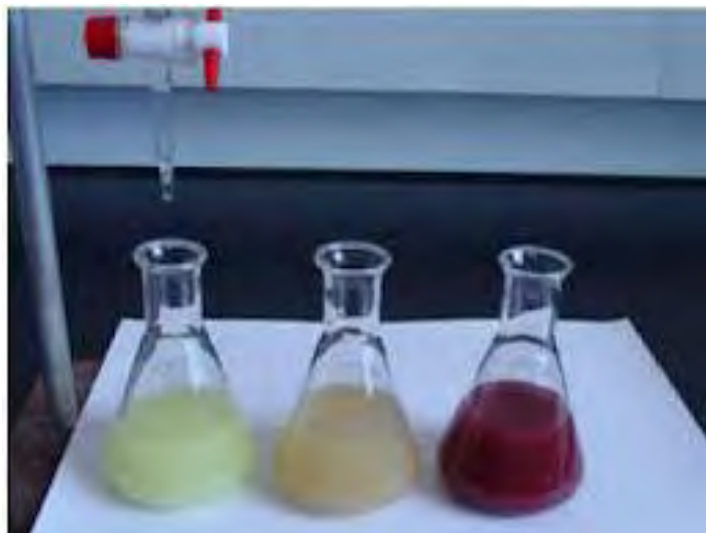
Daerah perubahan warna dari suatu indikator redoks dua warna berada pada daerah potensial tertentu. Hal ini analog dengan indikator asam basa dimana perubahan warna juga terjadi pada trayek pH tertentu. Untuk indikator satu warna, warna titik akhir (intensitas warna) ditentukan oleh

konsentrasi indikator itu. Tentu saja indikator yang dipilih harus mempunyai daerah transisi perubahan warna pada titik ekivalen, atau disekitar titik ekivalen. Indikator harus mempunyai potensial standard (E^0) harga E^0 dari oksidator dan reduktor. Misalnya pada penetapan senyawa besi (II) secara serimetri, indikator yang baik adalah ferroin (0-fenanthrolin besi (II) sulfat.

Indikator yang digunakan pada penentuan titik akhir titrasi redoks adalah :

1) Warna dari pereaksinya sendiri (auto Indikator)

   Apabila pereaksinya sudah memiliki warna yang kuat, kemudian warna tersebut hilang atau berubah bila direaksikan dengan zat lain maka pereaksi tersebut dapat bertindak sebagai indikator. Contoh : $KMnO_4$ berwarna ungu, bila direduksi berubah menjadi ion Mn^{2+} yang tidak berwarna atau larutan I_2 yang berwarna kuning coklat dan titik akhir titrasi diketahui dari hilangnya warna kuning, perubahan ini dipertajam dengan penambahan larutan amilum.

Sumber: http//blogspot.com

Gambar 15. Perubahan warna titik akhir setelah penambahan amilum pada titrasi redoks

2) Indikator Redoks

Indikator redoks adalah indikator yang dalam bentuk oksidasinya berbeda dengan warna dalam bentuk reduksinya. Contohnya Difenilamin dan Difenilbensidina, indikator ini sukar larut di dalam air,pada penggunaannya dilarutkan dalam asam sulfat pekat.

3) Indikator Eksternal

Indikator eksternal dipergunakan apabila indikator internal tidak ada. Contoh, Ferrisianida untuk penentuan ion ferro memberikan warna biru.

4) Indikator Spesifik

Indikator spesifik adalah zat yang bereaksi secara khas dengan salah satu pereaksi dalam titrasi menghasilkan warna. Contoh : amilum membentuk warna biru dengan iodium atau tiosianat membentuk warna merah dengan ion ferri.

d. Kurva titrasi

Kurva titrasi pada titrasi redoks adalah suatu kurva yang menggambarkan perubahan potensial standard (E^0) akibat penambahan titran. Perubahan potensial standard ini dapat dihitung dengan menggunakan rumus Nerst

Potensial standard (E^0) sebagai sumbu Y dan titran sebagai sumbu X. Titik ekivalen ditandai dengan terjadinya perubahan yang cukup besar pada fungsi ordinatnya. Kurva titrasi simetris disekitar titik ekivalen karena pada saat ini perbandingan mol keadaan teroksidasi.

Pada titrasi redoks, selama titrasi terjadi perubahan potensial sel. Harga ini sesuai dengan perhitungan menggunakan persamaan Nernst. Untuk

membuat kurva titrasi diperlukan data potensial awal, potensial setelah penambahan titran tapi belum titik ekivalen, potensial pada titik ekivalen dan potensial setelah titik ekivalen. Kurva titrasi antara lain berguna untuk menentukan indikator dimana indikator digunakan untuk menentukan titik akhir titrasi.

3. Refleksi

Petunjuk

a. Tuliskan nama dan KD yang telah Anda selesaikan pada lembar tersendiri
b. Tuliskan jawaban pada pertanyaan pada lembar refleksi!
c. Kumpulkan hasil refleksi pada guru Anda

LEMBAR REFLEKSI

a. Bagaimana kesan anda setelah mengikuti pembelajaran ini?

....

....

....

b. Apakah anda telah menguasai seluruh materi pembelajaran ini? Jika ada materi yang belum dikuasai tulis materi apa saja!

....

....

....

c. Manfaat apa yang anda peroleh setelah menyelesaikan pelajaran ini?

....

....

....

d. Apa yang akan anda lakukan setelah menyelesaikan pelajaran ini?

……………………………………………………………………………………………………

……………………………………………………………………………………………………

……………………………………………………………………………………………………

e. Tuliskan secara ringkas apa yang telah anda pelajari pada kegiatan pembelajaran ini!

……………………………………………………………………………………………………

……………………………………………………………………………………………………

……………………………………………………………………………………………………

4. Tugas

Tentukan kandungan tembaga menggunakan teknik kerja titrasi reduksi oksidasi secara tidak langsung melalui titrasi I_2 dengan tiosianat.

Alat yang digunakan:

a. Neraca analitik
b. Labu ukur 100 ml
c. Corong gelas
d. Pipet ukur
e. Ball filler pipet
f. Gelas piala
g. Buret
h. Erlenmeyer

Bahan yang digunakan:

a. Aquades
b. Larutan KI 10 %
c. Larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 M

d. Larutan $K_2Cr_2O_7$
e. Amilum
f. KIO_3
g. HCl 1 : 1

Langkah kerja:

a. Pembuatan Larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N

   Kurang lebih 25 gram $Na_2S_2O_3$ dilarutkan ke dalam 1 liter aquades dingin (setelah dididihkan) tambahkan ke dalamnya 0,1 gram natrium karbonat. Diamkan selama 1 hari sebelum distandarisasi, bila perlu dekantasi.

b. Pembuatan Larutan KI 10 %

   Timbang 10 gram KI kemudian larutkan dengan aquades, setelah larut sempurna tambahkan aquades sampai 100 ml

c. Pembuatan Larutan HCl 1 : 1

   Tambahkan 25 ml HCl pekat kedalam 25 ml aquades

d. Pembuatan Larutan Amilum 0,5 %

   Timbang 0,5 gram amilum larutkan dengan sedikit aquades, setelah larut sempurna tambahkan aquades panas sampai 100 ml

e. Standarisasi Larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N

   Timbang dengan tepat ± 1,23 gram padatan $K_2Cr_2O_7$ kemudian larutkan dalam labu ukur 250 ml. Pipet 25 ml larutan tersebut masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml, tambahkan 10 ml larutan KI, 10 ml HCL 1 : 1 dan sedikit aquades. Titrasi cepat-cepat dengan larutan $Na_2S_2O_3$ sampai larutan berwarna coklat hampir hilang, tambahkan 2 ml indikator amilum dan titrasi dilanjutkan sampai warna biru tepat hilang dan terlihat warna hijau. Lakukan titrasi secara duplo.

f. Penentuan kadar tembaga dalam sampel

Timbang dengan tepat sampel tembaga ± 7 gram kemudian masukan ke dalam labu ukur 250 ml, encerkan dengan aquadest sampai tanda batas. Pipet 25 mL larutan tersebut dan masukan ke dalam erlenmeyer 250 ml. Tambahkan 10 ml larutan KI 10 % dan 5 ml H_2SO_4 2 M. Titrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ sampai warna coklat I_2 hampir hilang kemudian tambahkan 2 mL larutan amilum 0,5 % . Lanjutkan titrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ sampai terlihat endapan putih susu. Lakukan duplo.

Diskusi

a. Tentukan konsentrasi larutan $Na_2S_2O_3$!

b. Tentukan konsentrasi tembaga dalam sampel !

c. Mengapa penambahan amilum tidak dilakukan di awal tetapi ditambahkan menjelang titik akhir titrasi ?

Data Pengamatan

Standarisasi larutan $Na_2S_2O_3$ dengan larutan $K_2Cr_2O_7$

No	Volume $K_2Cr_2O_7$ (mL)	Volume $Na_2S_2O_3$ (mL)	Normalitas $K_2Cr_2O_7$	Normalitas $Na_2S_2O_3$
1				
2				
Rata-rata				

Perhitungan :

Mol ekivalen $Na_2S_2O_3$ = mol ekivalen $K_2Cr_2O_7$

Vtitrasi x N $Na_2S_2O_3$ = V $K_2Cr_2O_7$ x N $K_2Cr_2O_7$

Titrasi sampel

No	Volume Sampel (mL)	Volume $Na_2S_2O_3$ (mL)	Normalitas $Na_2S_2O_3$	Normalitas Sampel
1				
2				
Rata-rata				

Perhitungan :

mol ekivalen Cu^{2+} = Mol ekivalen $Na_2S_2O_3$

V sampel x N Cu^{2+} = Vtitrasi x N $Na_2S_2O_3$

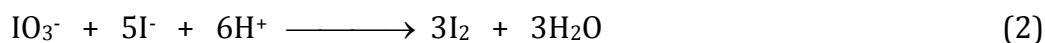
Massa Cu^{2+} = mol Cu^{2+} x Mr Cu^{2+}

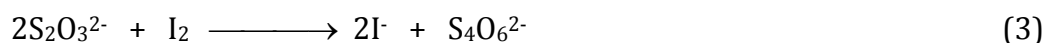
$$\text{Kadar } Cu^{2+} = \frac{\text{massa } Cu^{2+}}{\text{Massa sampel}} \times fp \times 100\%$$

Asam askorbat ($C_6H_8O_6$) dapat dioksidasi menjadi asam dehidroksiaskorbat oleh I_2 menurut reaksi berikut:

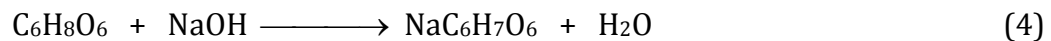
$$C_6H_8O_6 + I_2 \longrightarrow C_6H_6O_6 + 2I + 2H^+ \quad (1)$$

Oleh karena itu asam askorbat dapat dititrasi dengan I_2 tetapi I_2 bukanlah standar yang baik untuk titrasi langsung. Untuk itu I_2 yang digunakan untuk reaksi diatas dihasilkan dengan menambahkan iodida berlebih ke dalam larutan sampel yang telah mengandung sejumlah tertentu iodat. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:

$$IO_3^- + 5I^- + 6H^+ \longrightarrow 3I_2 + 3H_2O \quad (2)$$

Kelebihan I_2 kemudian dititrasi dengan larutan standar tiosulfat dengan indikator amilum, menurut reaksi :

$$2S_2O_3^{2-} + I_2 \longrightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-} \quad (3)$$

Dengan mengetahui jumlah I_2 yang terbentuk pada reaksi (2) dan jumlah I_2 yang tidak bereaksi dengan asam askorbat maka dapat ditentukan kadar asam askorbat yang terdapat di dalam sampel.

Asam askorbat adalah asam lemah oleh karena itu asam askorbat dapat juga ditentukan dengan titrasi asam basa. Pada titrasi hanya satu atom hidrogen dari tiap molekul asam askorbat yang cukup kuat untuk bereaksi dengan basa kuat. Asam askorbat dititrasi dengan larutan standar NaOH menggunakan indikator fenolftalein menurut reaksi :

$$C_6H_8O_6 + NaOH \longrightarrow NaC_6H_7O_6 + H_2O \quad (4)$$

Tentukan kandungan asam askorbat dalam tablet dengan titrasi reduksi oksidasi dan titrasi asam basa !

Langkah Kerja:

a. Titrasi Reduksi Oksidasi

1) Standarisasi larutan $Na_2S_2O_3$ dengan larutan KIO_3

Timbang dengan tepat padatan KIO_3 ±0,54 gram kemudian larutkan dalam labu ukur 250 mL. Pipet 25 larutan tersebut kedalam erlenmeyer 250 ml, tambahkan 10 mL larutan KI 10% dan 5 mL larutan H_2SO_4 2M serta sedikit aquades. Titrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ sampai warna coklat berubah menjadi kuning muda kemudian tambahkan 2 mL larutan amilum 0,5 %. Lanjutkan titrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ sampai warna biru tepat hilang. Lakukan titrasi duplo.

2) Penentuan kadar asam askorbat dalam sampel

Timbang dengan teliti 2,5 gram sampel tablet vitamin C yang telah digerus dalam mortar hingga halus, kemudian larutkan dalam labu takar 250 mL. Pipet 25 mL larutan tersebut ke dalam erlenmeyer 250 mL.

Tambahkan 25 mL larutan standar KIO_3, 10 mL larutan KI 10% dan 5 mL larutan H_2SO_4 2 . Titrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ sampai warna coklat berubah menjadi kuning pucat, kemudian tambahkan larutan amilum 0,5 % sebanyak 2 mL. Lanjutkan titrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ sampai warna biru tepat hilang. Lakukan titrasi duplo.

Data Pengamatan

Standarisasi larutan $Na_2S_2O_3$ dengan larutan KIO_3

No	Volume KIO_3 (mL)	Volume $Na_2S_2O_3$ (mL)	Normalitas KIO_3	Normalitas $Na_2S_2O_3$
1				
2				
Rata-rata				

Perhitungan :

Mol ekivalen $Na_2S_2O_3$ = mol ekivalen KIO_3

Vtitrasi x N $Na_2S_2O_3$ = V KIO_3 x N KIO_3

Titrasi sampel

No	Volume Sampel (mL)	Volume $Na_2S_2O_3$ (mL)	Normalitas $Na_2S_2O_3$	Normalitas Sampel
1				
2				
Rata-rata				

Mol I_2 total = mol I_2 (reaksi dengan asam askorbat) + mol I_2 (dititrasi oleh $Na_2S_2O_3$)

b. Titrasi Asam Basa

1) Standarisasi larutan NaOH dengan larutan $H_2C_2O_4$

   Timbang dengan tepat ± 1,6 gram padatan $H_2C_2O_4 .2H_2O$, kemudian larutkan dalam labu ukur 250 mL. Pipet 25 mL larutan $H_2C_2O_4$ tersebut ke dalam erlenmeyer 250 mL, kemudian tambahkan tiga tetes fenolftalein dan sekitar 25 mL aquades. Titrasi dengan larutan NaOH sampai warna larutan berubah menjadi warna merah muda. Lakukan titrasi duplo.

2) Penentuan kadar asam askorbat dalam sampel

   Timbang dengan teliti ± 1 gram sampel yang telah digerus lalu tempatkan dalam erlenmeyer 250 mL. Tambahkan 100 mL aquades panas untuk melarutkan sampel dan 3 – 5 tetes indikator fenolftalein. Titrasi dengan larutan NaOH dan lakukan duplo.

Data Pengamatan

Standarisasi larutan NaOH dengan larutan $C_2H_2O_4$

No	Volume $C_2H_2O_4$ (mL)	Volume NaOH (mL)	Normalitas $C_2H_2O_4$	Normalitas NaOH
1				
2				
Rata-rata				

Perhitungan :

Mol ekivalen NaOH = mol ekivalen $C_2H_2O_4$

Vtitrasi x N NaOH = V $C_2H_2O_4$ x N $C_2H_2O_4$

Titrasi sampel

No	Volume Sampel (mL)	Volume NaOH (mL)	Normalitas NaOH	Normalitas Sampel
1				
2				
Rata-rata				

Mol ekivalen NaOH = mol ekivalen $C_2H_2O_4$

Vtitrasi x N NaOH = V $C_2H_2O_4$ x N $C_2H_2O_4$

Diskusi

a. Tuliskan reaksi yang terjadi pada titrasi tersebut!
b. Tentukan konsentrasi larutan $Na_2S_2O_3$!
c. Tentukan konsentrasi larutan NaOH !
d. Tentukan kadar asam askorbat berdasarkan titrasi redoks dan asam basa!
e. Manakan dari kedua metode tersebut yang memberikan hasil yang lebih akurat ?
f. Jelaskan kelebihan dan kekurangan dari kedua metode tersebut !

5. Tes Formatif

a. Jelaskan pengertian reduksi-oksidasi!
b. Jelaskan prinsip dasar titrasi reduksi-oksidasi!
c. Tuliskan jenis-jenis indikator yang dapat digunakan dalam titrasi reduksi-oksidasi!
d. Tuliskan 4 jenis titrasi berdasarkan reaksi reduksi-oksidasi!
e. Jelaskan perbedaan antara titrasi iodometri dan iodimetri!

f. Jenis asam yang paling cocok digunakan dalam titrasi permanganometri adalah adalah…

g. Jelaskan mengapa I_2 jarang digunakan sebagai larutan standar untuk titrasi secara langsung (I_2 sebagai titer) !

h. Jelaskan mengapa penambahan indikator amilum tidak dilakukan di awal titrasi melainkan di akhir menjelang titik akhir titrasi !

C. Penilaian

1. Sikap

KRITERIA	SKOR	INDIKATOR
Sangat Baik (SB)	4	Selalu santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman, teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.
Baik (B)	3	Sering santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman, teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.
Cukup (C)	2	Kadang-kadang santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman, teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran
Kurang (K)	1	Tidak pernah santun dalam bersikap dan bertutur kata kepada guru dan teman,kurang teliti, bertanggungjawab, jujur dan berpartisipasi dalam kegiatan pembelajaran.

2. Penilaian Pengetahuan

Jawablah pertanyaan-pertanyaan berikut dengan singkat dan jelas!

a. Jelaskan pengertian dan prinsip dasar titrasi reduksi-oksidasi!

b. Tuliskan jenis-jenis indikator yang dapat digunakan dalam titrasi reduksi-oksidasi!

c. Tuliskan 4 jenis titrasi berdasarkan reaksi reduksi-oksidasi!

d. Jelaskan perbedaan antara titrasi iodometri dan iodimetri!

e. Jelaskan mengapa I_2 jarang digunakan sebagai larutan standar untuk titrasi secara langsung (I_2 sebagai titer) !

f. Jelaskan mengapa penambahan indikator amilum tidak dilakukan di awal titrasi melainkan di akhir menjelang titik akhir titrasi !

3. Ketrampilan

No	Aspek yang dinilai	Penilaian			
		1	2	3	4
1	Pembuatan larutan standar dan indikator				
2	Standarisasi larutan standar				
3	Pengukuran kadar sampel				
4.	Pengamatan				
5.	Data yang diperoleh				
6.	Kesimpulan				

Rubrik

Aspek yang dinilai	Penilaian			
	1	2	3	4
Pembuatan larutan standar dan indikator	Penggunaan alat dan bahan tidak tepat .	Salah satu dari penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi, tetapi tidak memperhatikan keselamatan kerja.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi dan memperhatikan keselamatan kerja.
Standarisasi larutan standar	Penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Salah satu dari penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi, tetapi tidak memperhatikan keselamatan kerja.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi dan memperhatikan keselamatan kerja.

Aspek yang dinilai	Penilaian			
	1	2	3	4
Pengukuran kadar sampel	Penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Salah satu dari penggunaan alat dan bahan tidak tepat.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi, tetapi tidak memperhatikan keselamatan kerja.	Penggunaan alat dan bahan tepat, benar, rapi dan memperhatikan keselamatan kerja.
Pengamatan	Pengamatan tidak cermat	Pengamatan cermat, tetapi mengandung interpretasi.	Pengamatan cermat dan bebas interpretasi.	Pengamatan cermat dan bebas interpretasi.
Data yang diperoleh	Data tidak lengkap	Data lengkap, tetapi tidak terorganisir, atau ada yang salah tulis.	Data lengkap, terorganisir, dan ditulis dengan benar.	Data lengkap, terorganisir, dan ditulis dengan benar.
Kesimpulan	Tidak benar atau tidak sesuai tujuan.	Sebagian kesimpulan ada yang salah atau tidak sesuai tujuan.	Semua benar atau sesuai tujuan.	Semua benar atau sesuai tujuan.

III. PENUTUP

Puji syukur kami panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penyusunan buku teks bahan ajar siswa ini dapat terselesaikan. Buku ini Kami susun dengan tujuan agar bermanfaat dalam proses kegiatan pembelajaran bisa sesuai yang diharapkan oleh guru dan peserta didik, namun dalam penyusunan ini masih jauh dari sempurna.

Mudah-mudahan buku teks bahan ajar siswa ini, dapat bermanfaat bagi siswa, guru dan pembaca pada umumnya. Kami menyadari bahwa buku teks bahan ajar siswa ini , masih banyak kekurangan dan kesalahan karena keterbatasan kami baik dari segi waktu maupun ilmu yang kami miliki. Oleh karena itu semua saran dan kritik yang sifatnya membangun demi sempurna buku teks bahan ajar siswa ini.

DAFTAR PUSTAKA

Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta

J. Bassett et al, 1985, *Buku Ajar* Vogel, Kimia *Analisis Kuantitatif Anorganik*, Edisi IV, diterjemahkan oleh: Setiono & Pudjaatmaka, PT Kalman Media Pustaka, Jakarta

Keenan, A. Hadyana Pudjaatmaja, PH. CL, 1992, *Kimia Untuk Universitas*, Jilid 1, Erlangga, Bandung.

Petrucci, H. Ralph, Suminar,1989, *Kimia Dasar*, Edisi Ke-4 Jilid 1, Erlangga, Jakarta.

---,2012, *Petunjuk Praktikum Kimia Analitik*, Program Studi Kimia FMIPA ITB. Bandung.

---,1995, *Petunjuk Praktikum Analisis Kimia Kuantitatif Metode Klasik*, Laboratorium kimia analitik FMIPA Universitas Padjadjaran, Bandung.